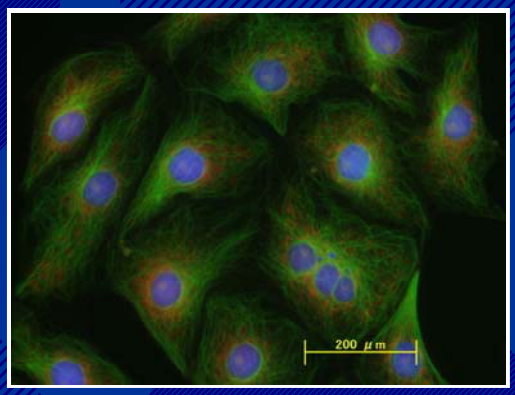
高等学校理科指導資料

岡山県総合教育センターの理科機器の使い方



平成20年3月
岡山県総合教育センター

ま え が き

現在，国では，平成20年１月17日の中央教育審議会答申「幼稚園、小学校、中学校、高等学校及び特別支援学校の学習指導要領等の改善について」を受け，学習指導要領の改訂の作業が進んでいます。一方，国際学力調査（ＴＩＭＳＳ，ＰＩＳＡ）や高等学校教育課程実施状況調査の結果を踏まえ，児童生徒の科学に対する知的好奇心や探究心をはぐくみ科学的な見方や考え方を育成するため，科学技術・理科大好きプランをはじめとする理数教育・科学技術理解増進活動を推進しています。このような中にあって，理科の学習指導においては，児童生徒が自然の事物・現象に興味・関心を持ち，観察，実験等を通じた体験的な学習，問題解決的な学習を行いながら科学的な見方や考え方を獲得し，探究する楽しさやおもしろさを味わうことができるような教材や指導方法等の開発・研究が求められています。

そこで，岡山県総合教育センターでは，教育に関する専門的，技術的事項の調査研究，教育関係職員の研修等を行うとともに，各学校における理科の学習指導を支援することを目的として，観察，実験等についての優れた実践事例などを紹介した「理科指導資料」を校種ごとに発行しています。

高等学校学習指導要領理科の目標は，「自然に対する関心や探究心を高め，観察，実験などを行い，科学的に探究する能力と態度を育てるとともに自然の事物・現象についての理解を深め，科学的な自然観を育成する。」であり，観察，実験，探究活動などを通して知的好奇心や探究心を喚起し自然を主体的に学習しようとする態度を育てることが一層重視されています。そのため，観察，実験，探究活動が充実するよう，器具や機器などを，学習の中で活用できるように整備しておく必要があります。

本指導資料は，岡山県総合教育センターにおける理科機器の使用方法を整理し，その利用の仕方について事例を基に具体的に解説し，岡山県総合教育センターの理科機器の活用を図るとともに，各学校における観察，実験等の充実をめざして作成したものです。

御高覧の上，御意見，御批判をいただくとともに，学習指導要領の趣旨に沿う教育実践のための資料として御活用いただければ幸いです。

終わりになりましたが，本指導資料をまとめるに当たり，御協力をいただきました作成委員の先生方並びに関係各位に厚くお礼申し上げます。

平成20年３月

岡山県総合教育センター所長

中　井　智　子

目　　次

Ⅰ　岡山県総合教育センターの理科機器について …… 1

Ⅱ　機器の使用方法と活用事例

1　走査型電子顕微鏡 …… 3

2　蛍光位相差顕微鏡 …… 8

3　ガスクロマトグラフ …… 13

4　高速液体クロマトグラフ …… 26

5　イオンアナライザ …… 36

6　フーリエ変換赤外分光光度計 …… 44

7　紫外可視分光光度計 …… 49

8　電気泳動装置 …… 55

9　簡易放射能検知器 …… 59

10　コンピュータ計測装置 …… 61

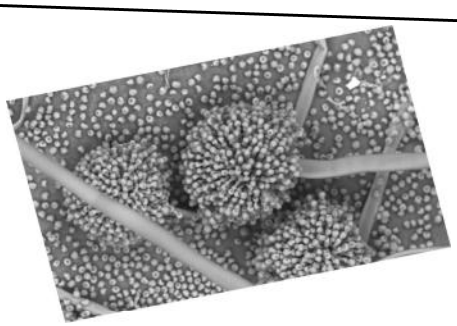
11　天体望遠鏡 …… 65

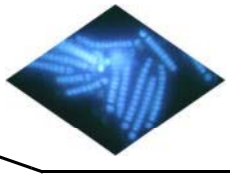
12　太陽望遠鏡 …… 68

13　岩石標本作製（ロックトリマー，岩石切断機，岩石研磨機） …… 69

電子顕微鏡室

走査型電子顕微鏡





蛍光位相差顕微鏡

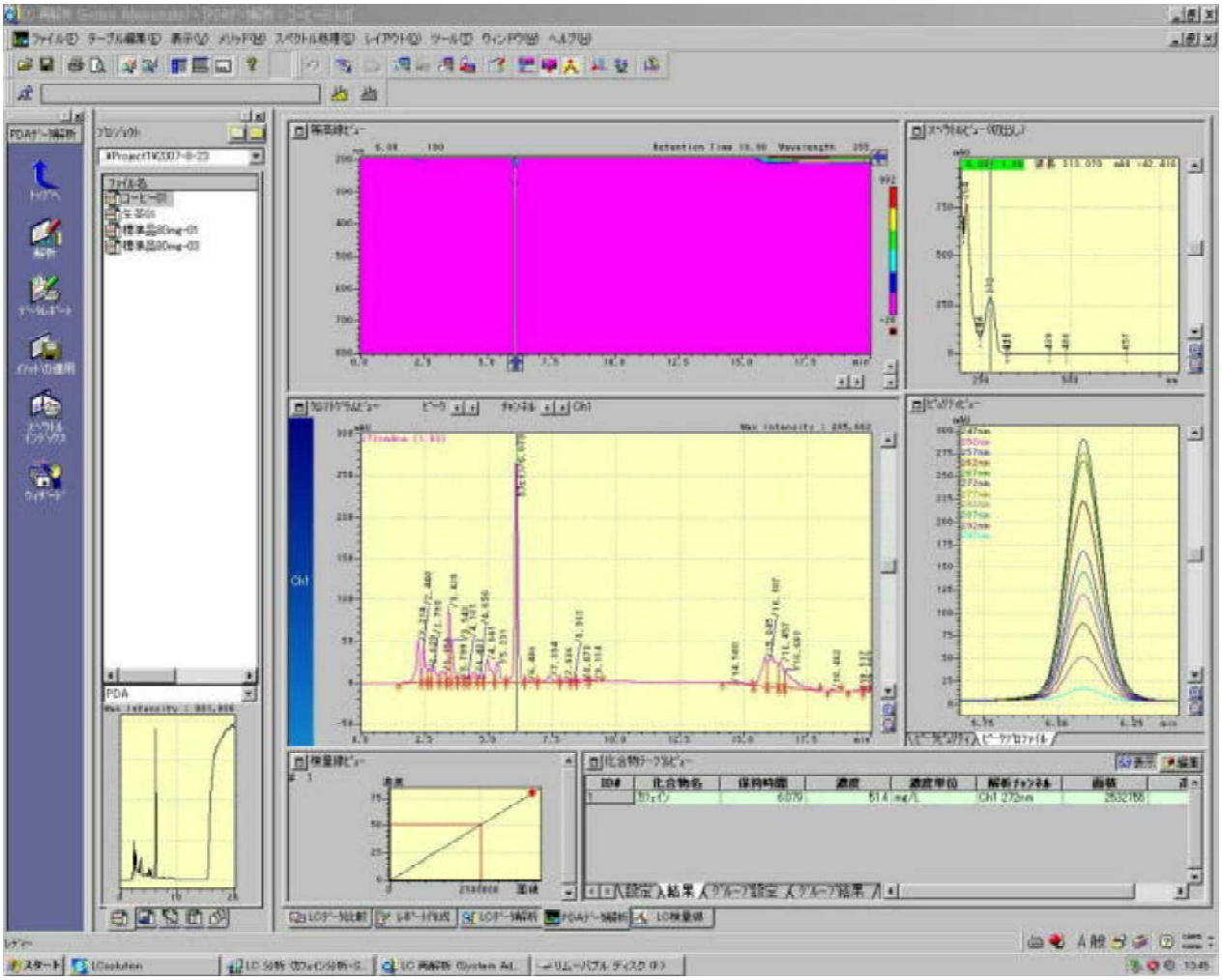
機器分析室

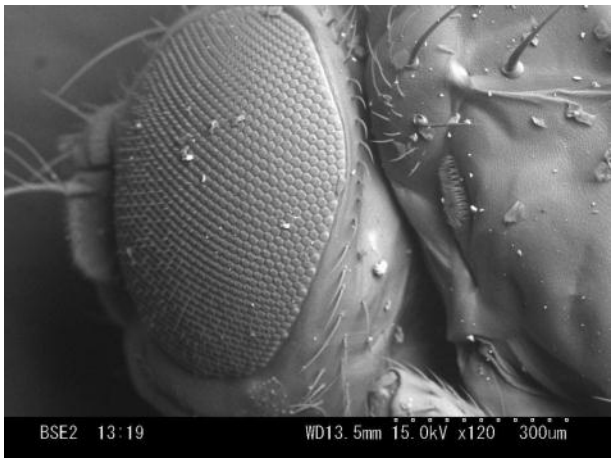
（北側）

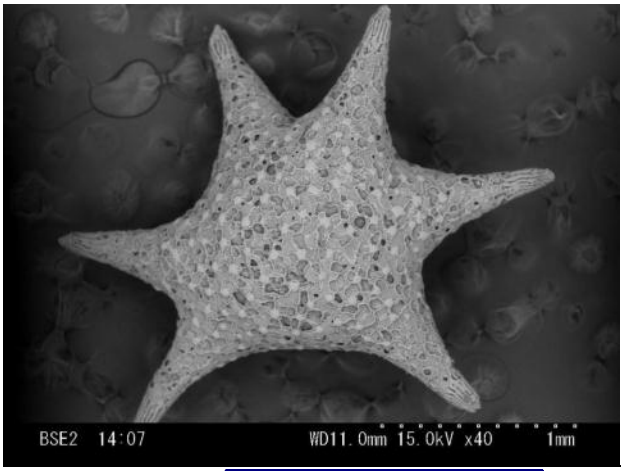
赤外分光光度計　　紫外可視分光光度計

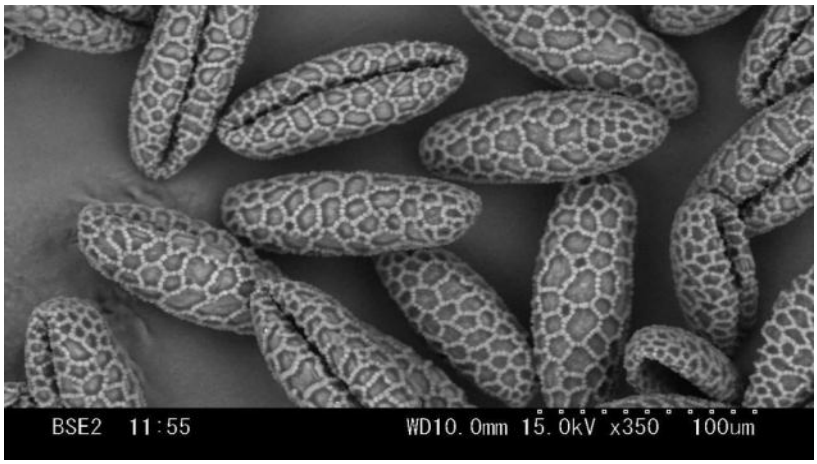
（東側）

ガスクロマトグラフ　　液体クロマトグラフ　　イオンアナライザ









液体クロマトグラフ

コーヒー中のカフェインの分析画面

ショウジョウバエの頭部
120倍

星の砂
500倍

走査型
電子顕微鏡

ユリの花粉
350倍

Ⅰ　岡山県総合教育センターの理科機器について

平成19年度開所した岡山県総合教育センター（以下「センター」という。）には，電子顕微鏡，ガスクロマトグラフをはじめとする多くの理科機器が整備され，現在も教職員研修や所員の研究等に活用している。当センターに備えられたこれらの機器は，従来から県内の教職員にも研修等での使用が認められている。

センターの理科機器の中には，その操作が複雑で，使いこなすのに分厚い取扱説明書を読まないとならないものも少なくない。そこで，簡単な機器の操作方法や活用事例を紹介することで，機器の操作についての理解とともに，その活用を図るためにこの指導資料を作成した。この指導資料を見ながら操作を行うことで，それぞれの機器の基本的な使い方ができるよう工夫している。更に高度な操作方法は，各機器毎により詳細な仕様マニュアルを作成しているので，各科目の担当指導主事に問い合わせていただきたい。

理科の主な機器の一覧

	機器の名称	数	管理場所	担当	規格，性能，用途　等
1	紫外線強度計	7	物理研究室	物理	UV積算量，強度の平均値，SPF値が測定できる。
2	簡易放射能検知器	7	物理研究室	物理	α線，γ線，β線が測定できる。
3	放射温度計	5	物理研究室	物理	物体に触れずに温度を測定することができる。 -50℃～1000℃
4	クーロンメータ	5	物理研究室	物理	-1999nC～+1999nC，内部容量1μF
5	スターリングエンジン	7	物理研究室	物理	低温度差型
6	火力発電モデル実験器	5	物理研究室	物理	固形燃料を燃やし，蒸気圧で発電するタイプ
7	計測用インターフェイス USBリンク	10	物理研究室	物理	センサーを常時コンピュータに接続して使用する。
8	計測用インターフェイス Xplorer	10	物理研究室	物理	センサーを一つのみ接続可能。
9	計測用インターフェイス Xplorer GLX	5	物理研究室	物理	センサーを四つまで接続可能。
10	フォトゲート	5	物理研究室	物理	フォトゲート幅75mm
11	距離センサー	5	物理研究室	物理	0.15～８m，分解能1mm
12	加速度センサー	5	物理研究室	物理	３軸，-10g～+10g，分解能0.01g
13	磁気センサー	10	物理研究室	物理	-1000G～+1000G，0.01G
14	電荷センサー	10	物理研究室	物理	-0.1～+0.1μC，-10～＋10V
15	圧力センサー	5	物理研究室	物理	0～700kPa，分解能0.1kPa
16	光センサー	5	物理研究室	物理	0～2.6/26/26,000lux， 分解能1/10,000（測定レンジのフルスケール）
17	電流電圧センサー	5	物理研究室	物理	-10～+10V，-1～+1A，分解能0.005V，500μA
18	ガスクロマトグラフ GC-2014	1	機器分析室	化学	ガスクロマトグラフ（Gas Chromatograph ：GC）は，試料中の各成分の含有量を測定する分析装置。 試料溶液は，注入部においてガスの流れに乗せられ，カラム(分離管)に運ばれ(ヘリウムや窒素などをキャリアガスとして使用)， カラムの中で各成分が分離される。カラムから出てきた成分は，検出器でその量が測定される。

19	液体クロマトグラフ LC-20AT	1	機器分析室	化学	高速液体クロマトグラフ（High Performance Liquid Chromatograph ，HPLC）は，試料中の各成分の含有量を測定する機器。HPLCでは，GCに比べて気化しにくい成分や熱に弱い成分も扱えるために，測定対象となる成分や試料は幅広く，特に生化学，医薬品，食品の分野の分析ができる。
20	イオンアナライザ PIA-1000	1	機器分析室	化学	可搬型のイオンクロマトグラフ。Li+,Na^{+},K^{+},Ca^{2+},Mg^{2+},NH^{4+},F^{-},Cl^{-},Br^{-},NO^{2-},NO^{3-},PO_4^{3-},SO_4^{2-}イオンの定量ができる。
21	紫外可視分光光度計 UV-1700	1	機器分析室	化学	紫外可視領域（190nm～1100nm）の波長帯の物質の吸光度を測定できる。フォトメトリックモード，スペクトラムモード，カイネティクスモード，タイムスキャンモードの各モードで測定可能。
22	フーリエ赤外分光光度計 FT-IR-4100	1	機器分析室	化学	赤外領域（4000～400cm-1）の物質の吸光度を測定できる。
23	電気炉	1	化学実験室	化学	金属の融解，セラミックの実験するときなどに使用できる。
24	恒温槽	1	化学実験室	化学	酵素実験など一定温度を保つときに使用できる。
25	ホットスターラー	12	化学実験室	化学	高温を維持し，自動かくはんするときに使用できる。
26	燃料電池	4	化学研究室	化学	燃料電池の演示実験に使用できる。
27	紙漉実験セット	4	化学研究室	化学	牛乳パックから再生紙をつくる実験で使用できる。
28	走査型電子顕微鏡 S-3000N	1	電子顕微鏡	生物	試料を立体的に観察する。前処理不要の低真空併用型。 40倍～5万倍程度
29	蛍光位相差顕微鏡 BX51	1	電子顕微鏡	生物	透明な試料の観察に適した位相差顕微鏡としての活用と，ＤＮＡや細胞骨格などの蛍光観察に適した蛍光顕微鏡として活用ができる。
30	分光光度計	1	生物研究室	生物	可視部の４波長に対して，試料の吸光度，透過率，濃度を測定することができる。
31	電光比色計	1	生物研究室	生物	400nm～900nmの波長の光に対して，試料の吸光度，透過率を測定することができる。
32	ハンディタイプpH計	8	生物実験室	生物	持ち運びのできるpH計。液体のpHと温度の測定ができる。 pHの温度補正もできる。
33	電気泳動装置	8	生物研究室	生物	電気泳動による物質の分離，検出ができる。
34	インキュベーター	2	培養室	生物	一定温度で，生物の飼育，培養ができる。
35	オートクレーブ	1	培養室	生物	器具や培地の滅菌を行うことができる。
36	クリーンベンチ	2	培養室	生物	無菌操作を行うことができる。
37	人工気象器	2	培養室	生物	一定温度，明暗周期で生物の飼育，培養ができる。
38	天体望遠鏡	6	地学実験室	地学	天体観測時に用いる。
39	岩石切断機	2	標本作製室	地学	岩石を切断する。
40	ロックトリマー	1	標本作製室	地学	岩石を割る。
41	岩石研磨機	2	標本作製室	地学	岩石を研磨する。
42	岩石標本	10	岩石標本室	地学	県内の12種類ほどの岩石で作った手作り標本

＊表には掲載していない機器もある。

Ⅱ　機器の使用方法と活用事例

1　走査型電子顕微鏡（SEM）S-3000N

(1) 機能

走査型電子顕微鏡S-3000Nは，試料の表面を立体的に観察することができる。観察できる倍率は，40倍～５万倍程度である。高真空モードと低真空モードを切り替えることができ，低真空モードでは，昆虫や花粉など比較的水分の少ない試料なら特別な処理をすることなくそのままステージに乗せて観察することができる。

図1-1　走査型電子顕微鏡

(2) 使用方法

ア　加速電圧を加えるまでの手順

①　電源スイッチを入れる。

EVACPOWER と書いてある電源スイッチをONにする。鏡筒内の抜気が始まり，完全に真空状態になるまでに20～30分かかる。

②　Highのランプの点灯を確認して，DISPLAY スイッチを入れる。すると「ピー」という音とともにコンピュータと専用ソフトが立ち上がる。

③　試料を鏡筒内のステージに設置する（**図1-3**）。

EVAC ボタンを押すとボタンのランプが消えるので，鏡筒内に空気が入りステージが開くまでしばらく待つ。

ステージが開くと，ステージ台の穴に，試料台をしっかり止まるまで押し込み固定する。

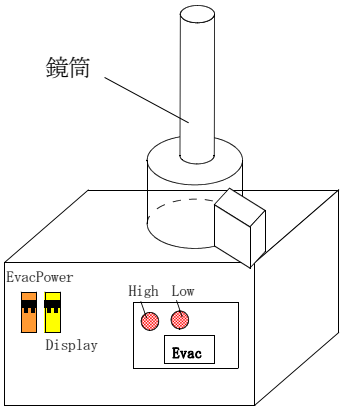


図1-2　スイッチとランプ

④　ステージ内を真空にする。

ステージを押し込み，手で押さえたまま，EVAC ボタンを押すと，ステージが鏡筒に吸い付く。コンピュータソフト画面の右下にあるVacuumバーが，赤から緑，青と変化するまでしばらく待つ（**図1-4**）。

⑤　加速電圧を加え電子を照射する。

画面上部にHV ボタンが表示され，これを押すと加速電圧が加わり，像が画面に表示される。

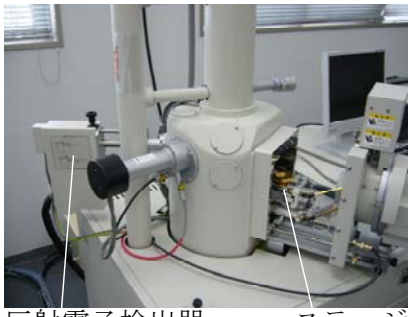


図1-3　ステージ周辺

イ　観察モードと観察手順

観察する試料の含水分量等に合わせて観察するモードを使い分ける。

高真空モード	含水量の少ない試料や含水量の多い試料を乾燥させ，金属コーティングして観察する。
低真空モード	含水量の少ない試料（昆虫，炭，羊毛，ケイソウ土　等）を処理せずそのまま観察する。

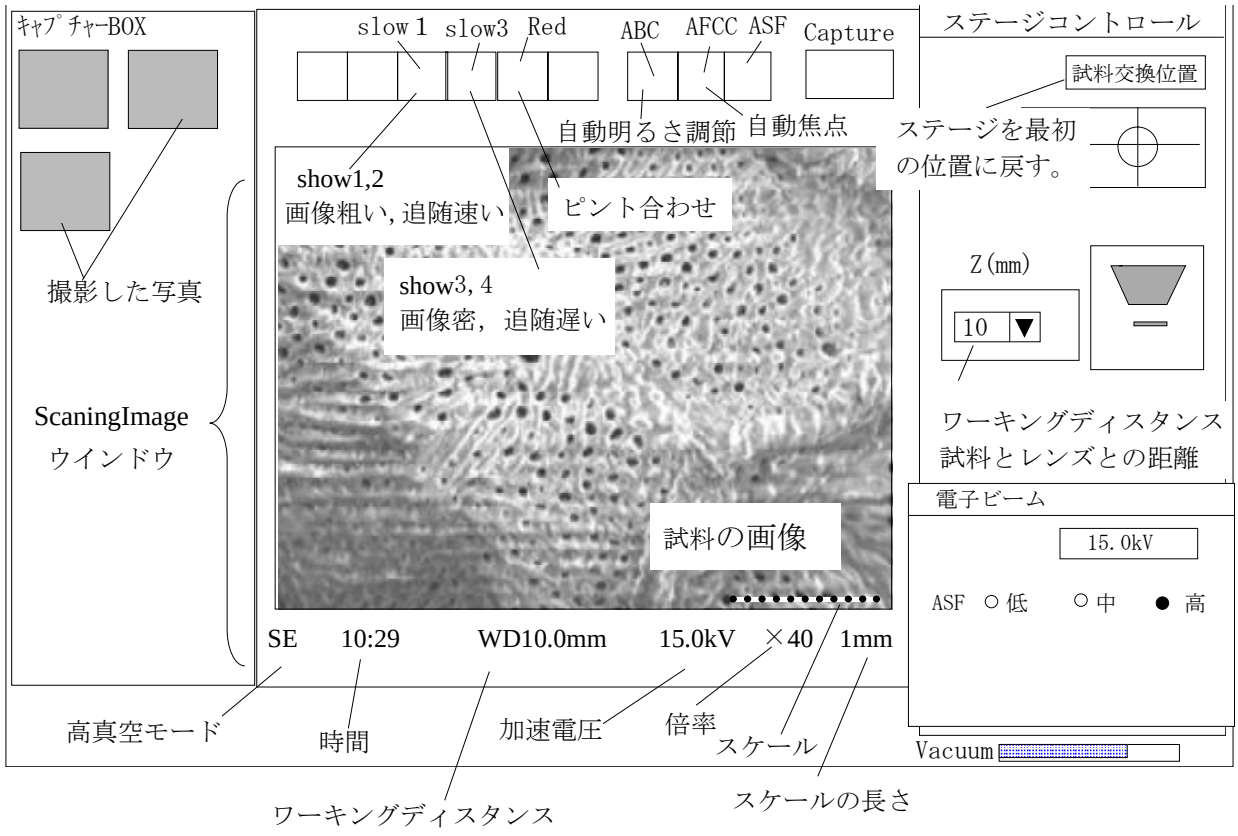


図1-4　起動画面の模式図

＜高真空モードでの観察＞

① ボタンを押し，現れたウインドウで［高真空モード］を選択する（**図1-5**）。

② 画面上部の HV ボタンが表示されていることを確認し，HV ボタンを押す（**図1-4**）。すると，試料の画像が現れる。

③ ScaningImageウインドウの右端にある ボタンを押し，ステージコントロールウインドウを表示する。

④ ステージコントロールウインドウで，Z(mm)の数値で示されているWD（ワーキングディスタンス）を10～15mmの範囲内にする。

画面を見ながら，コントローラーで見たい場所を探し（**図1-6**），ロータリーノブユニットで倍率の

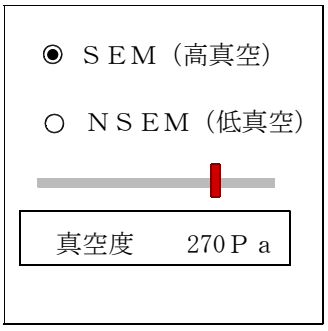


図1-5　高真空と低真空の切替え

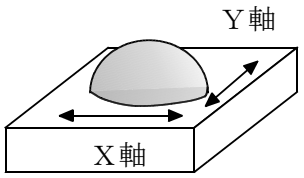


図1-6　コントローラー

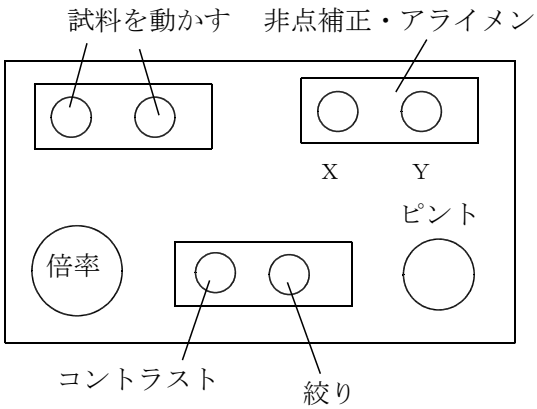


図1-7　ロータリーノブユニット

設定を行う（**図1-7**）。

⑤　ScaningImageウインドウの ABC
　ボタンを押して，明るさとコントラストを自動調節し，その後 Red ボタンを数回押してRedSの画面にする。倍率を上げてピントつまみでピントを調節し終わったら slow1,2 または slow3,4 のボタンを押して，通常の画面に戻す。その後希望する倍率で観察する。ピント合わせは AFCC （オートフォーカス）を使ってもよい。

⑥　像が不鮮明な場合には，アライメント調節つまみＸ，Ｙをそれぞれ回して像の揺れが最少になるように調節する。

⑦　試料交換時は，まず HV ボタンを押して加速電圧を切り，ステージコントロールウインドウの 試料交換位置 を押して，ステージを最初の位置に戻し，メイン電源横の EVAC を押して，鏡筒内に空気を入れる。しばらく待った後，試料を入れ替え，EVAC ，HV の順にボタンを押す。

＜低真空モードでの観察＞

①　 ボタンを押し，現れたウインドウの中で［低真空モード］を選択する（**図1-5**）。同じウインドウ内のスライダーをドラッグして真空度を25～30Paに調節する。

②　ScaningImageウインドウの右端にある ボタンを押し，ステージコントロールウインドウを表示し，ステージコントロールウインドウでＷＤ（ワーキングディスタンス）が15mmより大きいことを確かめる。

③　反射電子（BSE）検出器を差し込む（**図1-3**）。検出器の上部ストッパーを引くと，自然に引き込まれていく。３Ｄモードの位置で一回止まるので，再びストッパーを持ち上げ，更に引き込ませる。

④　ステージコントロールウインドウでワーキングディスタンスを10～15mmの範囲内にする。

⑤　画面上部の HV ボタンを押す。しばらくすると，試料の画像が現れる。

⑥　ABC ボタンを押して，明るさとコントラストを自動調節し，Red ボタンを数回押してRedSの画面にし，倍率を上げた状態でピントを合わせる。ピント調節が終わったら，slow1,2 または slow3,4 のボタンを押して，通常の画面に戻し，希望する倍率で観察する。

＊　手元のコントローラー，ロータリーノブユニットを使い，試料を動かしたり倍率を変えたり明るさの調節を行ったりする。

ウ　画像を撮影し，保存する手順

①　画像がきれいに見える位置を探す。

②　Capture ボタンを押す。（または上のメニューバーの　［画像］→［キャプチャー］を選択）
　キャプチャーは，標準や細密等のモードがあり，80秒かけてスキャンする細密モードがきれいである。

③　キャプチャーBOXが立ち上がり，撮影した画像が表示される。画像を選択して，下の セーブ ボタンを押す。画面に従って，画像を保存するホルダーを指定し，名前を付けて保存する。（bmp形式）

④　保存した画像ファイルは，ほかのメディアに書き出すことができる。

エ　終了操作

① 画面右上の HV ボタンを押し，電流を切る。
② ステージコントロールウインドウで 試料交換位置 ボタンを押す。
③ 低真空モードであれば，反射電子（BSE）検出器を抜き取る。
④ ソフトを終了し，コンピュターの電源を切る。
⑤ EVAC を押し，鏡筒内に空気を入れ，試料台を引き出し，試料を取りはずす。
⑥ 試料台を手で押しながら，EVAC を押し，鏡筒内を抜気して密閉する。
⑦ Highのランプが点灯したら，DISPLAY，EVACPOWER の順に電源を切る。

(3)　検鏡用の試料の作り方

ア　水分を含まない試料の場合

低真空モードまたは，高真空モードで観察できる。

導電性の悪いものは，イオンスパッタリング装置でコーティングして観察する（**図1-8**）。

図1-8　イオンスパッタリング装置

イ　水分を含む試料の場合

水分の少ないものは，そのまま低真空モードで観察する。

生物組織のように水分の多いものは，固定，脱水，t-ブチルアルコール置換の後，凍結真空乾燥装置で乾燥（**図1-9**），イオンスパッタリング装置でコーティングして観察する。

図1-9 凍結真空乾燥装置

ウ　試料をアルミの試料台に乗せる。

① カーボン両面テープを切り取り，試料台に貼る。
② その上に試料をできるだけ平面になるように貼り付ける（**図1-10**）。
③ 粉状の試料はブロアーで風を送り，両面テープに付着していないものを吹き飛ばす。
④ 必要に応じて，イオンスパッタリング装置を用いて，処理を行う。
⑤ **図1-11**のように，試料の最上部がガイドラインの高さになるように台とねじを使って調節する。(検出器との接触を避けるため，試料がガイドラインより高くなってはならない。)

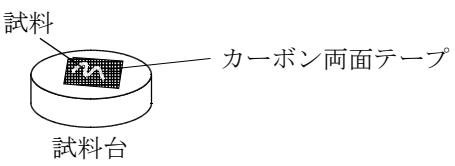


図1-10　アルミの試料台

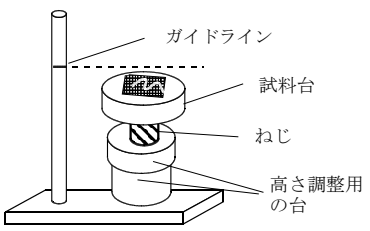


図1-11　高さの調節

イオンスパッタリング装置の使い方

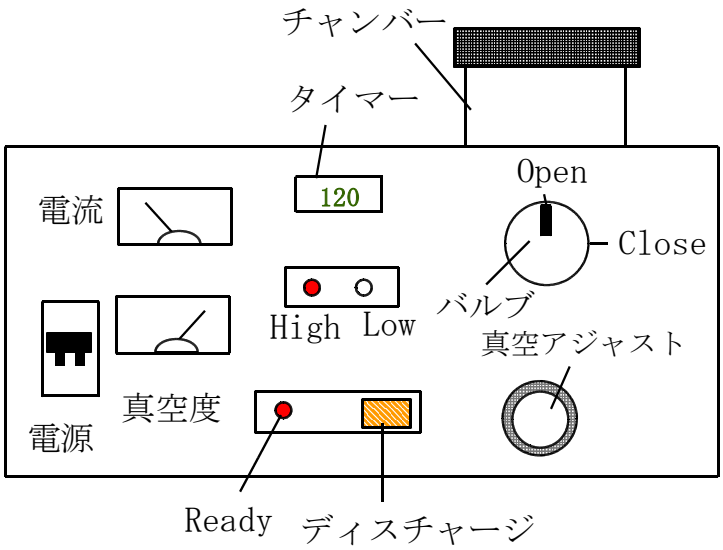


図1-12　イオンスパッタリング装置

1　バルブをOpenにして空気を入れる。
2　上のチャンバーカバーを筒ごとはずし（吸い付いていて外れにくい），ステージに試料を乗せる。
3　チャンバーカバーを手前のセンサーが重なるようにセットする。
4　電源を入れ，抜気する。
5　タイマーを120秒にする。（標準）
6　READYのランプがつけば，ディスチャージを押し，真空アジャストで15mAになるように調節する。金属がスプレーされ，試料表面に打ち込まれ，数nmの厚さの皮膜が形成される。これによって試料表面に電気伝導性を持たせる。
7　コーティングが終了する（タイマーが切れる）と放電が止まる。
8　電源を切り，チャンバーカバーをはずし，試料を取り出す。
9　チャンバーカバーを戻し，電源を入れ抜気する。真空アジャストをHigh側に止まるまで回す。READYのランプがつけばバルブをCloseにして電源を切る。

2　蛍光位相差顕微鏡　OLYMPUS BX51

(1) 機能

蛍光位相差顕微鏡OLYMPUS BX51 は，次の三つのモードで観察できる。

・明視野観察　ハロゲンランプを用いる通常の観察ができる。

・位相差観察　ハロゲンランプを用いる通常の観察で，コンデンサーを位相差用（Ph1，Ph2）に切り替えることで，通常では透明に見えるコントラストの小さい試料の輪郭や内部をくっきりと観察することができる。

・蛍光観察　水銀ランプとフィルターを用いた蛍光をとらえる観察。観察したいものに合わせた蛍光観察用の染色液で染色し，見たいところだけを色鮮やかに光らせて観察することができる。

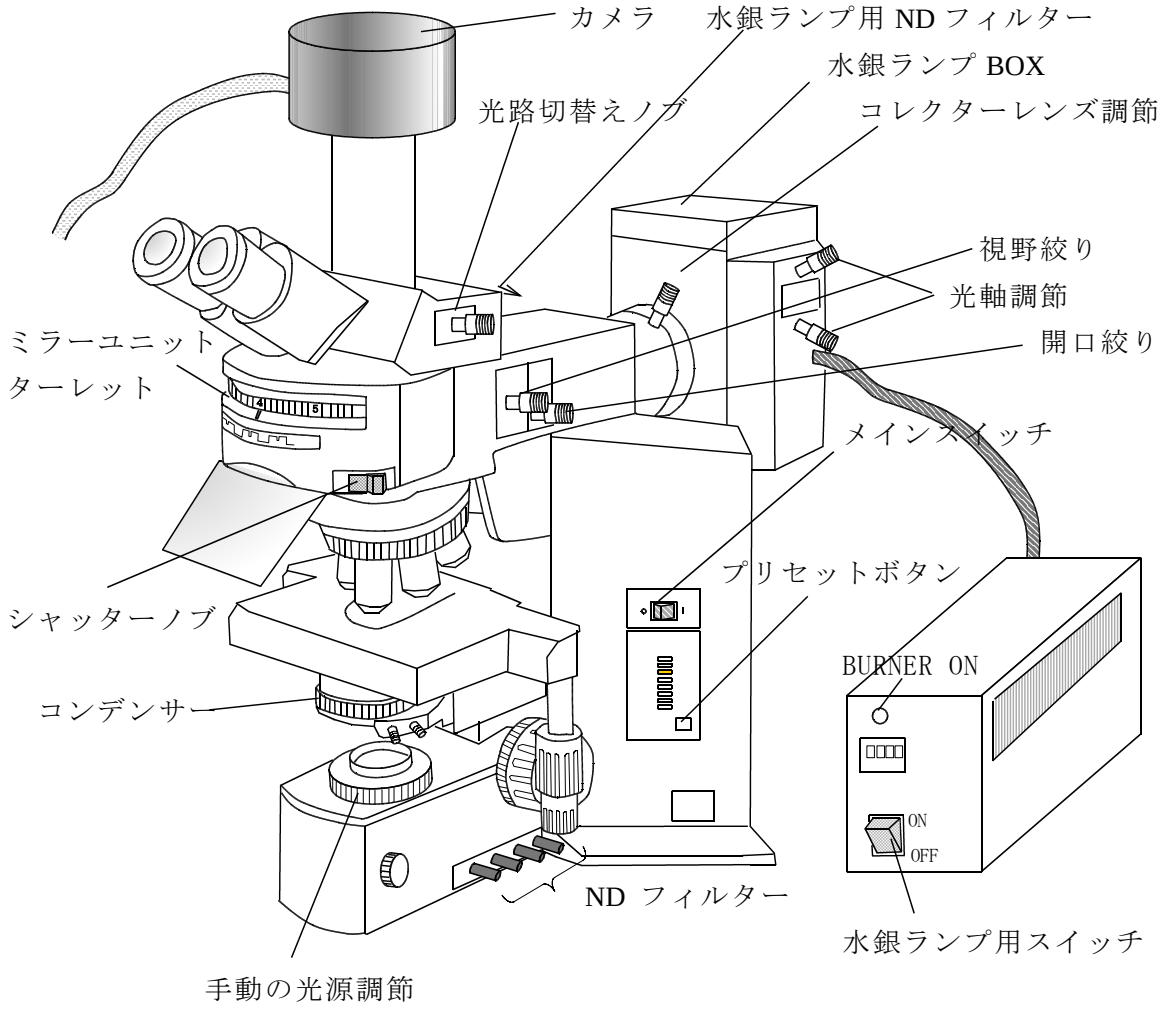


図2-1　蛍光位相差顕微鏡本体の各部の名称

(2) 使用方法

ア　明視野観察

通常の光学顕微鏡と同じ観察方法。他機能のためのフィルターやコンデンサーの働きを切って使用する。

①　観察前に次の事項を確認する。

・光路切替えノブが差し込まれていること。
・水銀ランプからのシャッターノブを閉じていること。
・ミラーユニットターレットがミラーユニットの入っていない番号（現在は[4]～[6]のいずれか）になっていること（図2-2）。
・対物レンズの下のコンデンサーが[○]になっていること。[Ph1]，[Ph2]は位相差観察用なので使用しない（図2-3）。
・鏡台横のNDフィルターで，LBDフィルターが差し込んであること（図2-4）。

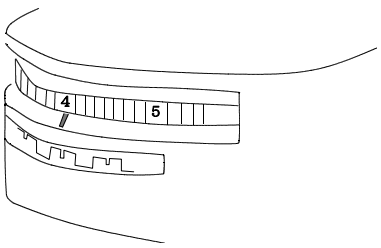


図2-2　ミラーユニットターレット

② 本体横のメインスイッチを入れ，[PRE.SET]ボタンを押す。光源の電圧が９Vに設定される。これは，画像を写真に撮るときの色温度が最適な設定で，変えない方がよい。

③ プレパラートをステージにのせ，ピントを合わせて観察する。明るさの調節は，NDフィルター（ND6，ND25）のフィルターを差し込んだり抜いたりして行う。絞りもあるが，明るさ調節はこれで行えばよい。ND6は透過光を６％カットする，ND25は透過光を25％カットするフィルターであるので，倍率に合わせ使い分ける。

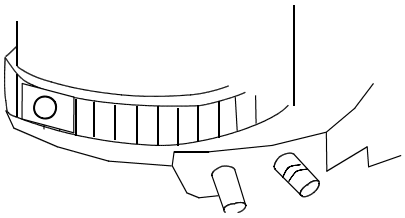


図2-3　コンデンサー

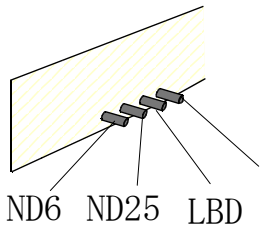


図2-4　NDフィルター

イ　位相差観察

基本的には，明視野観察と同じ操作である。異なるのは，光源からの光路にコンデンサー（Ph1，Ph2)を光路に差し込むだけ。ゾウリムシやアメーバなど，コントラストが付きにくいものもはっきりと観察することができる。

① 観察前に次の事項を確認する。
・光路切替えノブが差し込まれていること。
・水銀ランプからのシャッターを閉じていること。
・ミラーユニットターレットがミラーユニットの入っていない番号（現在は[4]～[6]のいずれか）になっていること（図2-2）。
・対物レンズの下のコンデンサーが[Ph1]または，[Ph2]になっていること（図2-5）。対物レンズによって，使用するコンデンサーは異なる。
対物レンズ×10，×20…[Ph1]，対物レンズ×40，×100（oil）…[Ph2]
・鏡台横のNDフィルターで，LBDフィルターが差し込んであること。

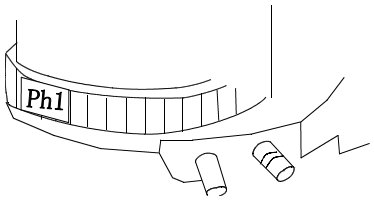


図2-5　コンデンサー

② 本体横のメインスイッチを入れ，[PRE.SET]ボタンを押す。光源の電圧が９Vに設定される。これは，画像を写真に撮るときの色温度が最適な設定で，変えない方がよい。

③ プレパラートをステージにのせ，ピントを合わせ観察する。
対物レンズによって，[Ph1]と[Ph2]とを切り替えなければならないので，倍率を変えるときは注意すること。
明るさの調節は，NDフィルター（ND6，ND25）を用いて行う。

図2-6　ゾウリムシの明視野観察

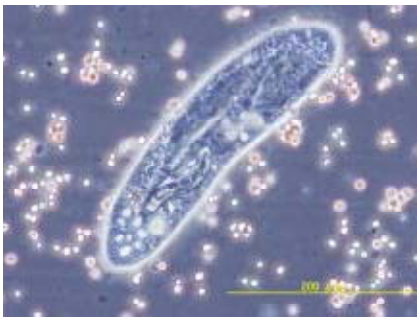


図2-7　ゾウリムシの位相差観察

ウ　蛍光観察

光源として，上部の水銀ランプを用いる。蛍光色素等で染色された試料から出る蛍光を観察する。普通の光学顕微鏡では観察し難いＤＮＡや細胞骨格，紡錘糸，ミトコンドリア等を，鮮やかな色彩で観察できる。

①　観察前に次の事項を確認する

・光路切替えノブが差し込まれていること。

・メインスイッチが切れていること。

・水銀ランプからのシャッターが開いていること。

・ミラーユニットターレットが観察したい試料に合わせて，適切なミラーユニットの入っている番号になっていること。

1　U-MWU２ 自家蛍光，DAPI対応	2　U-MWIB３２ FITC対応	3　U-MWIG ミトトラッカー対応

②　水銀ランプのメインスイッチを入れ，BURNER ON のランプの点灯を確認する。

③　標本をステージにセットする。

④　標本に適合するミラーユニットを光路に入れる。（光路に入っているか確認する。）

⑤　対物レンズを光路に入れ，ピントを合わせる。

必要により，水銀ランプ用NDフィルター（水銀ランプの左側面）で光量の調節を行う。

⑥　視野全体が均一で最も明るくなるように，コレクターレンズ調節つまみで調節する。（あらかじめ調節済みの場合は不要）

⑦　視野絞り，開口絞りを調節し，観察する。

観察を短時間中断するときは，シャッターを閉じておく。水銀ランプのON，OFFはランプの寿命を著しく短くする。試料は励起光によってどんどん退色し，コントラストが低下するため，観察に支障が無い範囲で，励起光の強度をある程度弱めるためにNDフィルター，開口絞りを利用する。

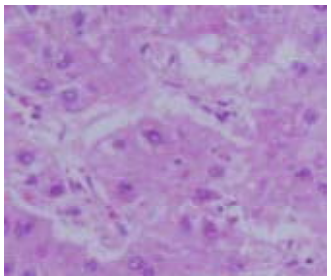


図2-8　肝臓の組織
明視野での像

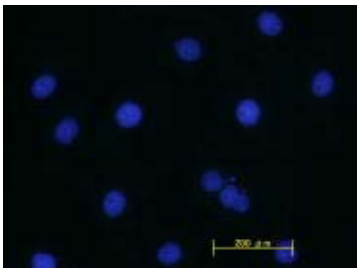


図2-9　肝臓の組織
蛍光観察での像，DAPI染色
核が青に光る

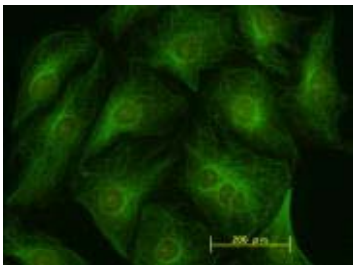


図2-10　肝臓の組織
蛍光観察での像，FITC染色
細胞骨格が緑に光る

エ　コンピュータに画像を取り込む。

①　コンピュータの電源を入れる。

②　「ＤＰコントローラー」を立ち上げる。

・顕微鏡の接眼部分の横にある「光路切替え」バーを引き出す。（半分引き出すと，コンピュータと接眼レンズの両方から見ることができる。）

③　画面下の［取込み］メニューで をクリックすると，像が中央に現れる（**図2-11**）。

④　［取込み］メニューで，現在の対物レンズの倍率を指定して，［スケール］メニューで大きさや形を指定すれば，画面にスケールが表示され，写真にもそのまま写る。

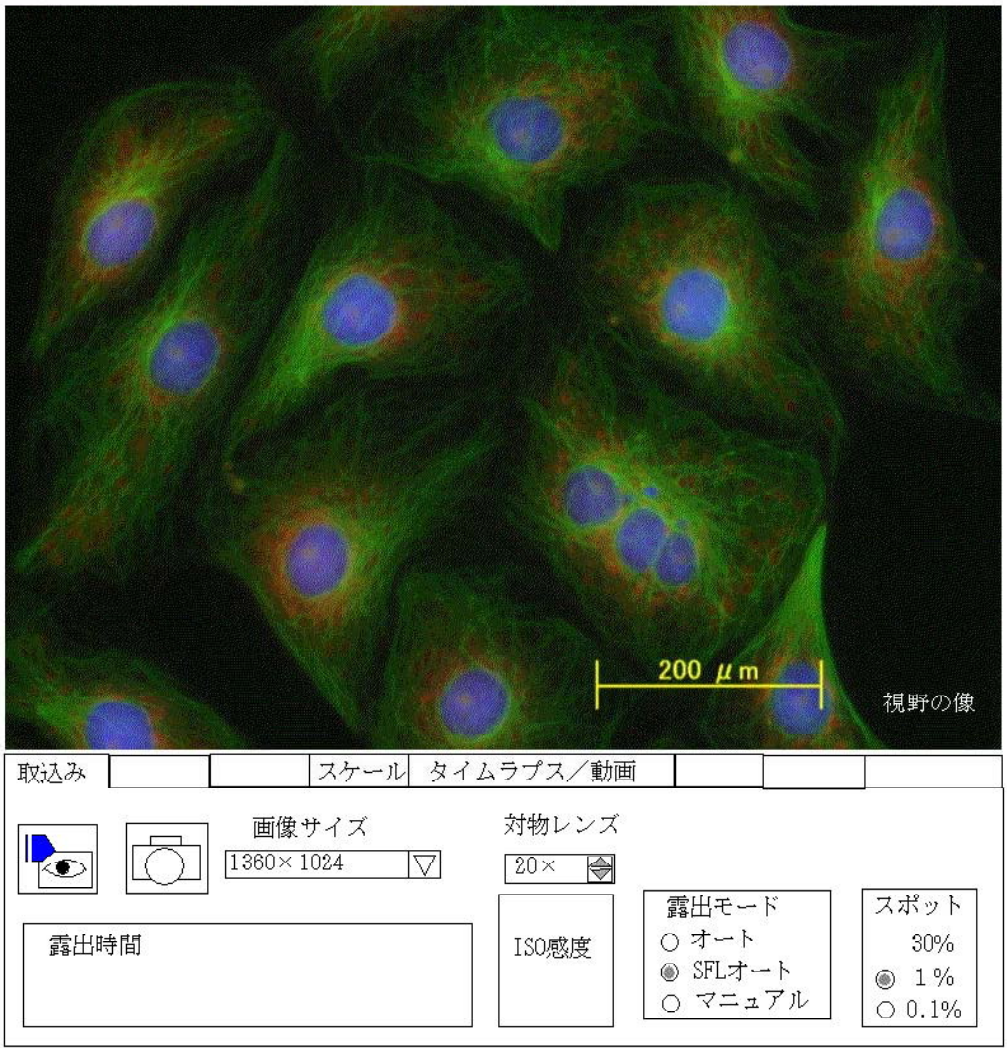


図2-11　ＤＰコントローラーの取込み画面の一部

オ　写真を撮り，保存する。

①　写真を撮りたい部分を画面中央に移動する。

②　［取込み］メニューで，画像サイズ，対物レンズの倍率，露出モード（明視野観察はオート，蛍光観察はＳＦＬオート）を指定する（**図2-11**）。

スポットは，露出を調整したい範囲を決め，その範囲を適正露出にするときに設定する。

③　写真撮影ボタンを押し，写真を撮影する。

④　画像管理ソフト である「ＤＰマネージャー」が立ち上がり，撮った画像が表示される。

⑤　［ファイル］→［名前を付けて保存］で画像を保存する。

図2-12　ＤＰマネージャーの画面の一部

カ　動画を撮影する。

①　撮影したい場所を画面中央に移動させる。

②　［タイムラプス／動画］メニューを開き，［動画撮影を行う］を選択する（**図2-13**）。

③　［動画設定］によりmpg，avi形式のいずれで保存するか選ぶ。

④　撮影条件は［撮影中はプレビュー中止］を選択する。

⑤　撮影開始までの時間と，撮影時間を設定する。ファイルサイズが表示される。
動画は，１秒間に15フレーム撮影する。

⑥　［取込み］メニューで，撮影ボタンが から に変化しているので， をクリックすると，撮影が開始され，指定された時間撮影した後，停止する。

⑦　撮影された動画は，「ＤＰマネージャー」に送られ，表示される。保存は，「ＤＰマネージャー」にて，［ファイル］→［名前を付けて保存］で行う。

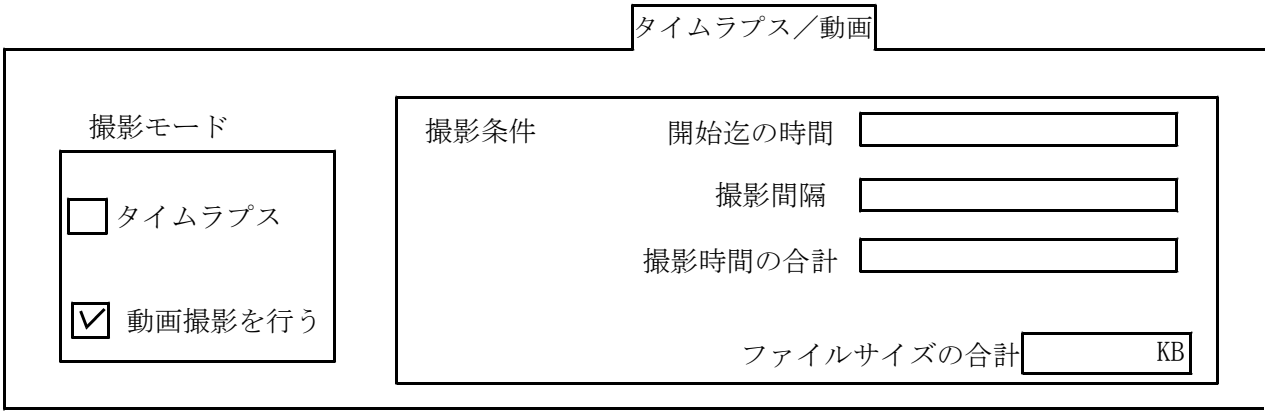


図2-13　ＤＰコントローラーのタイムラプス／動画メニュー

4　高速液体クロマトグラフ

(1) 機能

高速液体クロマトグラフィー（High performance liquid chromatography，略してHPLC，以下「LC」という。）はカラムクロマトグラフィーの一種であり，機械的に高圧をかけた液体によって分析物をカラムに通し，分離・検出するものである。

機種

①CBM-20A　システムコントローラ

液クロ本体とコンピュータとを制御する。

②SPD-M20A　紫外可視検出器

分離された成分を190～800nmの紫外可視光で検出する。

③DGU-20A3　脱気装置（デガッサ）

展開溶媒中の溶存空気を脱気する。

④LC-20AT　送液ポンプ

３種類までの混合液を自動的に作成しカラムに展開溶媒を送るポンプ。

⑤CTO-10AS　カラムオーブン

カラムを一定温度に保つ。カラムに分析物を注入する。

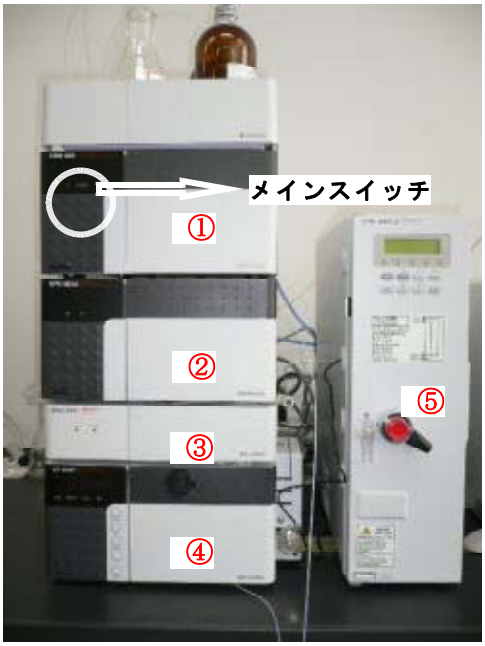


図4-1　液体クロマトグラフ

(2) 使用方法

分析の流れ

ア　移動相の準備
イ　LC装置及びPCの立ち上げ
ウ　LCsolutionの立ち上げ
エ　流路の洗浄
オ　緩衝溶液等のラインへの置換
カ　カラムの取り付け
キ　分析
ク　検量線の確認と未知試料の同定・定量
ケ　システムの終了とカラム等の事後処理

ア　移動相の準備

移動相としては次のものは使用しない。

濃硫酸，濃硝酸，ジクロル酢酸，アセトン，テトラヒドロフラン(THF)，ジクロロメタン，クロロホルム，ジメチルスルホキシド(DMSO)

KCl，NaCl，NH_4Clなどのハロゲンイオンを含む溶媒，あるいは反応などによってハロゲン化物イオンを生成する溶媒の使用はできるだけ避ける。

①　移動相をメンブランフィルタでろ過する（粉末試料を溶かした場合など）。

送液ポンプには流路にゴミ(固体）を入れないようにするためにサクションフィルタが使われている。この細孔径は10ミクロンであるため，それより小さいものは通過してしまい，

流路やカラムの詰まりや汚れの原因になってしまう。→ 0.45ミクロン程度のメンブランフィルタでろ過する。

② 移動相を室温に戻してから使用する

③ 移動相は注ぎ足ししない。

イ LC装置及びPCの立ち上げ

① システムコントローラ（CBM-20A）の電源（メインスイッチ）をONにする（集中コンセントを付けているのでこれだけですべての電源がONになる。）。他の機器の電源が入らない場合はメインスイッチを入れる前にシステムコントローラ以外のLC各装置(送液ポンプや検出器など)の電源をONにする。

② プリンタの電源をONにした後，PCの電源をONにする。

ウ LCsolutionの立ち上げ

① PC画面上に表示されているLCsolutionのアイコンをダブルクリックする（**図4-2**）。

図4-2 LCsolutionのアイコ

② LCsolutionのランチャー画面が現れることを確認する（**図4-3**）。

③ LCsolutionランチャー画面において，分析に使用するLCシステムシステム１のアイコンをクリックする。

④ LCsolutionのログイン画面が現れるので，ログインID（admin）とパスワード（なし）を入力した後，OKボタンを一回クリックする（**図4-4**）。

⑤ システムコントローラがピーと鳴って，分析画面が開く（**図4-5**）。

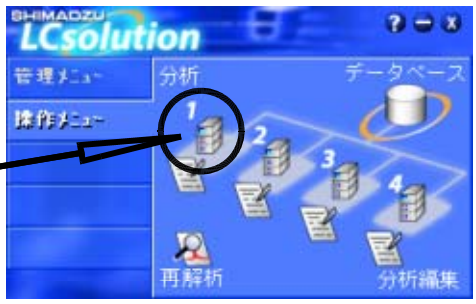


図4-3 LCsolutionランチャー画面

⑥ 分析画面に，「準備完」の表示が現れていることを確認する。

図4-4 LCsolutionログイン画面

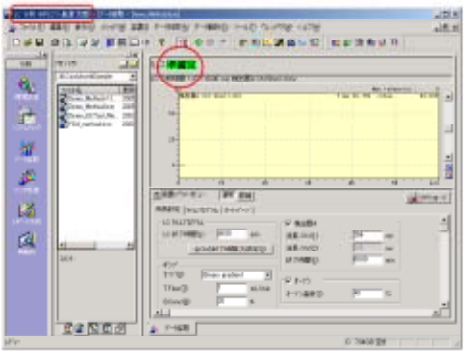


図4-5 LCsolution分析画面

エ　流路の洗浄

液クロシステムは，前回使用後に流路等を洗浄して終了していることを前提とする。洗浄後は，ラインＡ～Ｄは次の溶媒中に付けられている（**図4-6**）。

ラインＡ…メタノール	ラインＢ…メタノール
ラインＣ…70％メタノール水溶液	ラインＤ…70％メタノール水溶液

使用前に，流路を洗浄するときには，次のようにラインＡをイオン交換水に変更する（**図4-7**）。

ラインＡ…イオン交換水	ラインＢ…メタノール
ラインＣ…70％メタノール水溶液	ラインＤ…70％メタノール水溶液

図4-6　使用前の状態

図4-7 洗浄時の状態

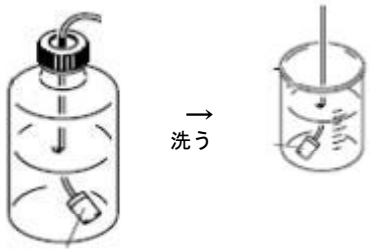


図4-8 サクションフィルタの洗浄

ラインＡのサクションフィルタをイオン交換水に漬けるとき，イオン交換水で数回洗ってから漬ける（**図4-8**）。

エー１　流路の洗浄（イオン交換水によるパージ）

① 廃液ビンをセットする。
② 清潔なビーカを用意し，これにイオン交換水を入れる。
③ ラインＡのサクションフィルタをリザーバビンから抜き出して②のビーカに入れた後，フィルタ部分を振動させてサクションフィルタを洗浄する。
④ その後，きれいなイオン交換水の入ったビンに挿入する。
⑤ ［ファイル］メニューから［メソッドを開く］を選択する。
⑥ メソッドの中［開始］フォルダ中の［パージ］を選択して開く。
⑦ ダウンロードボタンを選択する。
⑧ ドレインバルブを開く（**図4-9**）。
⑨ 画面の上のツールバーの[アクティベートボタン] を押してONにする（ポンプがONになって送液が開始される。）。
⑩ 画面の左の[シングル分析開始]ボタンを押してダミー分析を開始する（先ほど選んだパージのメソッドにパージのプログラムを組んであるので，ダミーで分析して装置が稼働し，パージが行われる。）。

図4-9 ドレインバルブ

⑪　シングル分析のファイル名などの入力画面になるので，データファイル名を［パージ］等，適当な名前にして OK ボタンを押す（**図4-10**）。

⑫　ダミーなので，「データOFFのなっています。独行しますか。」と聞いてくるので，はいを押す。

⑬　開始ボタンを押す。その後，Ａ液（水）だけが流れ，20分後に「分析中」から「準備完」の表示になる。

⑭　画面上のツールバーのアクティベートボタン を押してOFFにする。

⑮　ドレインバルブを閉める。

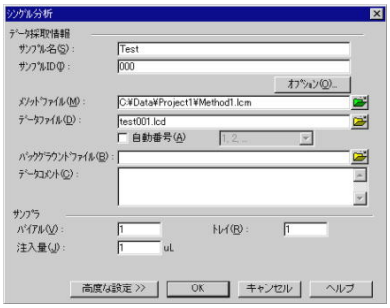


図4-10 シングル分析画面

エー２　流路の洗浄（イオン交換水による流路全体の洗浄）

①　［ファイル］メニューから［メソッドを開く］を選択する。

②　メソッドの中の［開始］フォルダ中の［分析前洗浄］を選択して開く。

③　ダウンロードボタンを選択する。

④　画面の上のツールバーのアクティベートボタン を押してONにする。

⑤　10分以上送液後アクティベートボタンを押してOFFにする。

オ　緩衝溶液等のラインへの置換

水以外の溶液をＡラインで使用する場合，ラインをその液で置換する必要がある。ラインラインＢ等でメタノール以外を使用する場合も同様である。

オー１　緩衝溶液等の流路への置換（パージ）

①　ラインＡのサクションフィルタを緩衝液で共洗いし，緩衝液の入ったビンに挿入する。

②　［ファイル］メニューから［メソッドを開く］を選択する。

③　メソッドの中の［開始］フォルダ中の［パージ］を選択して開く。

④　ダウンロードボタンを選択する。

⑤　ドレインバルブを開く（**図4-9**）。

⑥　画面の上のツールバーのアクティベートボタンを押してONにする（ポンプがONになって送液が開始される。）。

⑦　３～５分後，画面上のツールバーのアクティベートボタンを押してOFFにする。

⑧　ドレインバルブを閉める。

オー２　緩衝溶液等の流路への置換（流路全体への置換）

①　［ファイル］メニューから［メソッドを開く］を選択する。

②　メソッドの中の［分析］フォルダ中の［カフェイン分析］を選択して開く（このマニュアルはその後カフェインの分析を行うこととして記述している。それ以外の場合，分析条件によりメソッドを新規作成により作成する。）。

③　ダウンロードボタンを押す。

④　画面の上のツールバーのアクティベートボタンを押してONにする。

⑤　10分以上送液後アクティベートボタンを押してOFFにする。

カ　カラムの取り付け

カラムは分析条件に合わせて選択する。

① 使用するカラムを接続する。接続位置と接続向きに注意する。接続するカラムはガードカラムよりも流れの後側の部品A（カップリング）と交換することになる。カラムの両側のフタは部品Aに付けておく（**図4-11，4-12**）。カラムには向きがあるので，移動相の流れの向きにカラムの矢印をあわせる（**図4-13**）。

図4-11 カラムの取り付け位置

図4-12 カラムの取り付け

図4-13 カラムの向き

② 画面の上のツールバーの[アクティベート]ボタンを押してONにする。

③ カラムの取り付け口等から液漏れがないことを確認した後，カラムをオーブン内に固定する。

⑤ 画面右上の[プロット]ボタンを押してクロマトグラムを画面で確認できるようにする。

⑥ ベースラインの安定まで約30分かかる。

⑦ ベースラインのゼロ補正は，PDA検出器の[ゼロ補正]のボタンを押す。

⑧ ベースラインが安定したら，画面右上の[中止]ボタンを押し，クロマトグラムのモニターを中止する。

キ　分析

ここでは，カフェインをＡラインでリン酸緩衝液，Ｂラインでメタノールを用いて分析する手法について記述する。分析の流れは次のようである。

キー１　分析（標準試料の試し打ち）

分析を始める前に，標準試料を用いて，リテンションタイム等をあらかじめ確認しておく。

① ［クロマトグラムビュー］ で，「準備完」 が表示されていること，ベースラインが安定 していることを確認する。

② ［LC 分析］画面左のウィンドウのアシスタントバーにある[シングル開始]ボタン をクリックする。

③ ［シングル分析］ 画面が表示される（**図4-14**）。

④ 各項目を次のように設定する。

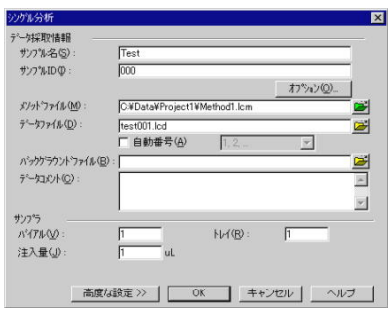


図4-14 シングル分析画面

メソッドファイル：使用するメソッドファイルを選択する。
データファイル：試し打ちなので適当にファイル名を入れる。
バイアル：－１
トレイ：無視する。
注入量：これから打つ試料の量を入力する。

⑤　ＯＫボタンを押す。

⑥　マイクロシリンジに，標準試料を必要量入れる（**図4-15**）。

⑦　マニュアルインジェクター部にシリンジを差し込みバルブをロード方向に回転させ，試料を注入しインジェクション方向にバルブを回転させると自動的に分析が開始する（**図4-16**）。

図4-15 マイクロシリンジ

図4-16マニュアルインジェクション

⑧　クロマトグラムに必要なものがすべて出たと思われたら，画面上の左の中止ボタンを押す。

キー２　分析（波形処理パラメータの設定）

①　画面左のアシスタントバーにあるデータ解析アイコンをクリックする。このことで，採取したデータファイルが読み込まれた状態で［LC 再解析］の［LC データ解析］が起動する。

②　［クロマトグラムビュー］上で右クリックし，表示されるメニューから［データ処理パラメータ］をクリックする（**図4-17**）。［データ処理パラメータ（データ内メソッド）］画面が表示される（**図4-18**）。

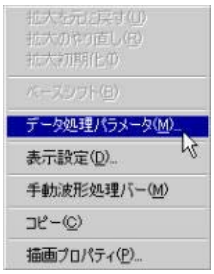


図4-17 選択画面

③　波形処理タブをクリックし，波形処理パラメータに適切な数値を入力して適用をクリックする。（詳細はマニュアルp. 23）

④適当な波形処理結果が得られたら，OK をクリックする。

図4-18 データ内メソッドの画面

キー３　分析（データ処理パラメータの作成）

①　［LCsolution ランチャー］で再解析

をクリックする。［LC 再解析］が起動する。

②　アシスタントバーにあるLC データ解析アイコン をクリックする。［LC データ解析］ウィンドウが表示される。

③　［ファイル］メニューの［データファイルを開く］を選択し，キー１で測定済みの試し打ちのデータファイルを指定する。キー１からの一連の作業を行っている場合は，開かなくて

も既に開いている。

④　左のアシスタントバーにある[ウィザード]アイコン をクリックする。［化合物テーブルウィザード］ が表示される。

⑤　波形処理パラメータが適切であることを確認し，[次へ]をクリックする。

⑥　**図4-19**の画面となる。化合物テーブルの処理の欄の登録するピークにチェックマークを付ける。ここでチェックを入れたピークについて，以後の操作で検量線を自動的に作成し，ここで登録された保持時間に対して一定の許容範囲内に検出されたピークが，分析や再解析の際の定量計算の対象となる。設定ができたら[次へ]をクリックする。

⑦　**図4-20**の画面になる。定量計算方法と検量線の種類を設定しする。最大レベル数はこれから作成する検量線に使うデータ数である。設定ができたら[次へ]をクリックする。

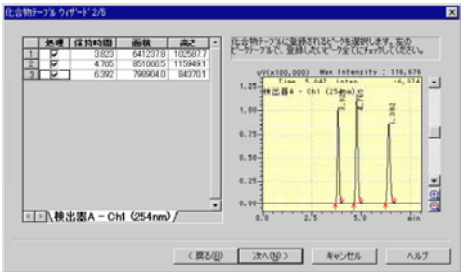


図4-19 化合物テーブルウィザード２／５

図4-20 化合物テーブルウィザード３／５

⑧　**図4-21**の画面になる。詳しい設定内容はマニュアルp. 30参照。

⑨　**図4-22**の画面になる。化合物名の欄に各ピークに相当する化合物名を入力する。濃度の欄には，⑦で設定した検量線に使うデータ数の数だけ枠があるので，分析する順番に標準試料の濃度を入力する。それ以外の詳しい設定内容はマニュアルp. 31参照。

図4-21 化合物テーブルウィザード４／５

図4-22 化合物テーブルウィザード５／５

⑩　化合物テーブルの詳細設定を行い，[完了]をクリックする。

⑪　［化合物テーブルウィザード］ の設定が終了したら，化合物テーブル右上の[表示]ボタンをクリックし，化合物テーブルの編集を確定する（**図4-23**）。

図4-23 化合物テーブルの確定

キー４　分析（データ処理パラメータのオリジナルメソッドへの適用）

①　［LC データ解析］ アシスタントバーにある[メソッドの適用]アイコン をクリックする。メソッドファイルの名前を指定する画面が表示される。

②　メソッドファイルの名前を指定し，[OK]をクリックする。名前を指定する画面には，オリジナルのメソッドファイル名が入力されている。［LC データ解析］で設定したデータ内メソッドの内容を，オリジナルのメソッドファイルに適用する場合は，そのまま[OK]をクリッ

クして，メソッドファイルを上書きする。

③　［メソッドパラメータの選択］画面が表示される。

④　そのままの状態で OK をクリックする。設定・変更したデータ処理パラメータの内容が，オリジナルメソッドに上書き保存される。

キー５　分析（バッチ分析）

ここでは，バッチ分析を行うことで，標準試料による検量線作成，未知試料の同定・定量を一度に行う手順について説明する。

①　「LC 分析」のアシスタントバートップにあるバッチ処理アイコン をクリックする。バッチテーブルが表示される。

②　［ファイル］メニューの［ バッチファイルの新規作成］を選択する。

③　バッチテーブルにバッチ分析のスケジュールを入力する。

注入量…これから注入する試料の量を入力する。

サンプルタイプ…標準サンプルの場合［標準］，未知試料の場合［未知］を選択する。また，検量線作成用の一番最初の標準サンプルの場合は，［検量線初期化］ を有効にし，２番目以降の標準サンプルの場合はサンプルタイプを［検量線の追加］を選択する。

レベル番号…標準サンプルの場合，検量線に使うデータの順番に番号を入力する。未知試料の場合は「０」を入力する。

それ以外の詳しい設定内容はマニュアルp.26参照。

④　設定したバッチテーブルに名前を付けて，適当なフォルダにバッチファイルとして保存する。

⑤　［LC 分析］でバッチテーブルを開いた状態で，［バッチ処理］アシスタントバーにあるバッチ開始アイコン をクリックする。バッチテーブルに設定した順にバッチ分析が行われる。

⑥　マイクロシリンジに，標準試料を必要量入れる。

⑦　マニュアルインジェクター部（**図4-16**）にシリンジを差し込みバルブをロード方向に回転させ，試料を注入しインジェクション方向にバルブを回転させると自動的に分析が開始する。

⑧　１番目の分析が終了したら，画面左上の表示が「分析中」から「準備完」に変わったことを確認し，２番目以降の試料を順次分析していく。

⑨　未知試料も含めて，すべて分析が終わったら，装置のアクティベートをOFFにする。

ク　検量線の確認と未知試料の同定・定量

① 画面左のデータ解析ボタンを押す。

② キー５で分析した，未知試料のデータを開く（**図4-24**）。

③ ［化合物テーブルビュー］ の［ID#］ 欄の番号をクリックすると，キの操作によって得られた各成分の検量線が［検量線ビュー］ に表示される。

④ ［化合物テーブルビュー］ の結果タブの［濃度］ には，データ内に保存された検量線により，ピーク面積または高さ値から計算された未知試料中の各成分の濃度値が表示される。

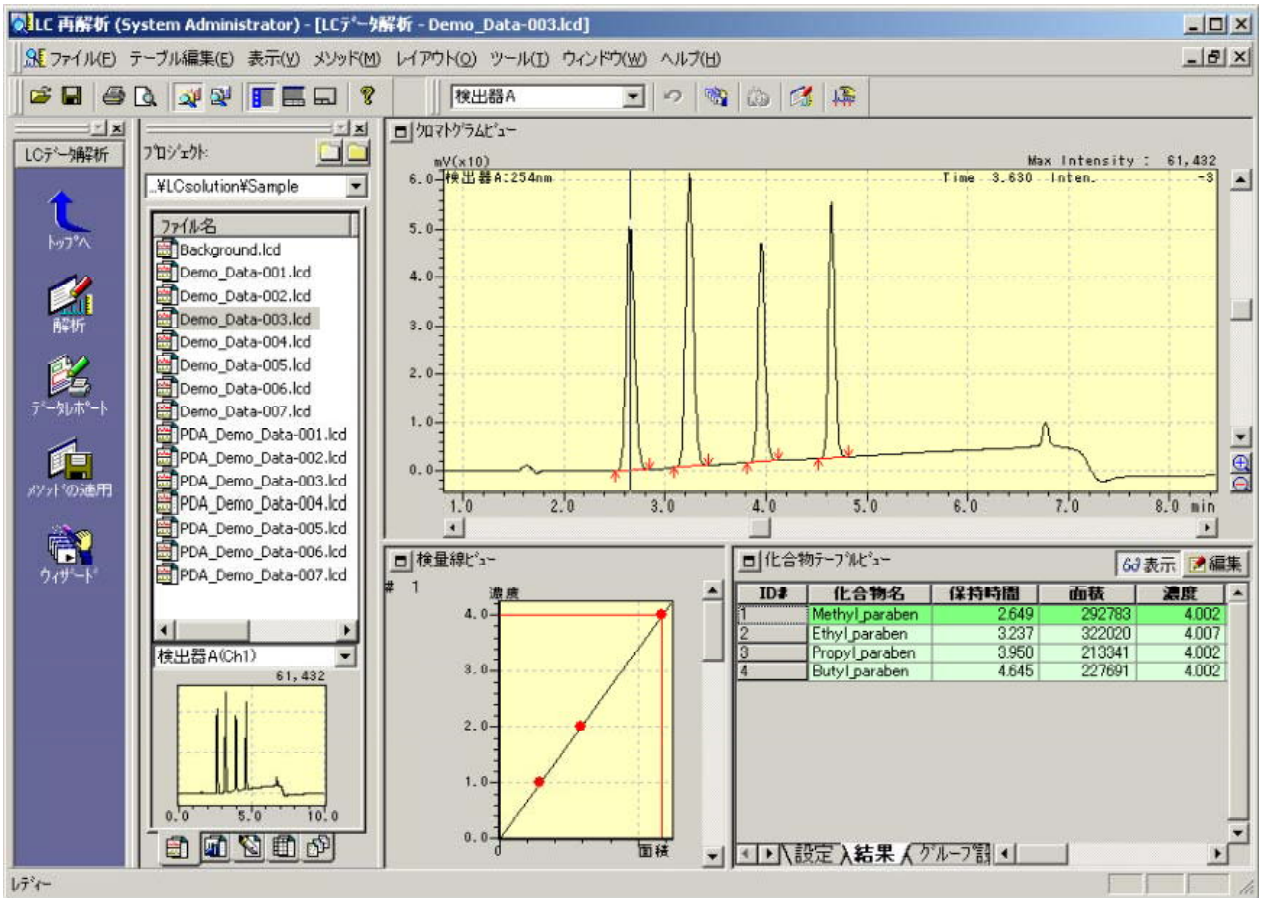


図4-24　データ解析画面

ケ　システムの終了とカラム等の事後処理

ラインＡ…イオン交換水	ラインＢ…メタノール
ラインＣ…70％メタノール水溶液	ラインＤ…70％メタノール水溶液

ラインＡに緩衝溶液等を使用している場合は，ラインＡをきれいなイオン交換水に漬ける。終了操作は，終了フォルダ中にメソッドとして保存してある。疎水性の溶媒や特別な溶媒を使用しない限り，この終了メソッドに従って終了操作を行えばよい。

① ［ファイル］から，［メソッドファイルを開く］を選択し，終了フォルダ中の［(1)ポンプＡの置換］を呼び込み，LCsolutionの[ダウンロード]ボタンを押す。

② Ａ液の瓶の中を水に交換する。

③ ポンプのドレインバルブをあける。

④ ポンプ本体の[Pump]ボタンを押した後，数秒たってもう一度[Pump]ボタンを押して止める。その後，ポンプの[Purge]ボタンを押す（**図4-25**）。

図4-25 ポンプのボタン

⑤ Purge後，ポンプのドレインバルブを閉じる。

⑥ ［ファイル］から，［メソッドファイルを開く］を選択し，終了フォルダ中の［(2)カラムの洗浄］を呼び込み，LCsolutionの[ダウンロード]ボタンを押す。

⑦ LCsolutionの[アクティベイト]ボタンを押して，装置を稼働させる。

⑧ ファイル名を「終了ダミー」と入力してダミーで１回分析する。経過時間は左上のPPA分析時間で確認できる。

⑨ 分析スタート後，80分経過したら，ポンプの「Pump」ボタンを押す。

⑩ LCsolutionの[中止]ボタンを押して，分析を強制終了する。この操作によりカラムが水で十分に洗浄され，カラム中にきれいなイオン交換水が充填されていることになる。

⑪ カラムを外し，カラムの入口・出口の配管をカップリングでつなぐ。

⑫ カラムには　カップリングに着いていたふたをしっかりとして保存する。

⑬ Ａ液の移動相チューブをＢ液瓶（メタノール）に入れ，ポンプのドレインバルブをあけ，ポンプの「Purge」ボタンを押す。

⑭ Purge後，ポンプのドレインバルブを閉じる。

⑮ ［ファイル］から，［メソッドファイルを開く］を選択し，終了フォルダ中の［(3)カラム取り外し後の洗浄］を呼び込み，LCsolutionの[ダウンロード]ボタンを押す。

⑯ LCsolutionの[アクティベイト]ボタンを押して，装置を稼働させる。

⑰ 10分後[アクティベイト]ボタンを押して，装置を止める。

⑱ LCsolutionを閉じる。

⑲ 装置をOFFにする。

【注】普段のメンテナンス

○ カラムを付けていない状態で，１ヶ月に１度程度，溶液を70％メタノール水溶液に変えてケの⑬～⑲の操作を行う。

○ 緩衝液を使った場合は，水でしっかりと流路を洗浄した後使用し，使用後も水でしっかりと洗浄する。

3　ガスクロマトグラフ

(1) 機能

図3-1　ガスクロマトグラフ

島津GC-2014 SHIMADZU（**図3-1, 3-2**）を使用する。分析ラインはフローコントローラ（キャリアガス流量制御部），試料気化室，カラム，検出器セル，検出アンプから構成される。分析の際には，フローコントローラから試料気化室にキャリアガス（窒素・アルゴンなど）が供給され，試料気化室に注入された試料がカラムを通って検出器セルに到達し，検出された信号が検出器アンプで増幅されて信号出力される。400℃程度で気化する化合物，気化した時に，その温度で分解しない化合物などがガスクロマトグラフ（以下「GC」という。）での分析対象となり，定量・定性分析ができる。

(2) 使用方法

分析の流れ

ア　カラムのセッティング
イ　GC装置・PC及びGCsolutionの立ち上げ
ウ　分析の準備
エ　GCの起動
オ　試料の注入方法
カ　検量線の作成
キ　分析結果の確認
ク　GCの停止

図3-2　ガスクロマトの本体

ア　カラムのセッティング

① 分析目的に応じたカラムを選択し，それぞれのカラムを接続する接続ジョイントを確認する（**図3-3**）。

(ｱ) パックドカラム・TCD（検出器）の場合
A（デュアルINJ・L）とC（TCD・L）
B（デュアルINJ・R）とD（TCD・R）とを接続する。

(ｲ) パックドカラム・FID（検出器）の場合
A（デュアルINJ・L）とE（FID・L）
B（デュアルINJ・R）とF（FID・R）とを接続する。

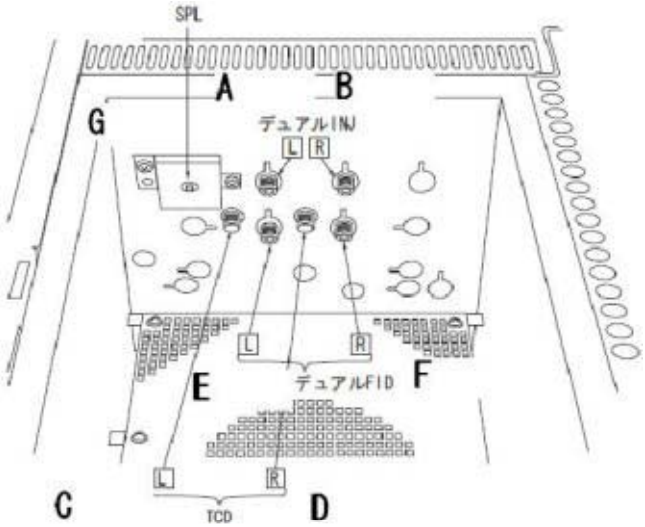


図3-3　カラムの接続ジョイント

(ｳ) キャピラリーカラム・FID（検出器）の場合
G（SPL）とF（FID・R）とB(デュアルINJ・R※メイクアップ用）を接続する。

② SUSパックドカラム（**図3-4**）の取り付け

使用工具：10×12スパナ ２本(標準付属品)，ピンセット（標準付属品）

(ｱ) 装置を停止し，検出器ガスの供給を停止する。ドア左側のレバーを引き，カラムオーブンを開く。

(ｲ) SUSカラムアダプタINJ側にガラスインサートを取り付ける（**図3-5**）。

(ｳ) カラムオーブン側よりSUSカラムアダプタINJ側をガラスインサートと一緒に試料注入口に差し込む。カラムアダプタのナットをスパナで締める（**図3-5**）。

(ｴ) カラムアダプタDET側を検出器に取り付け，固定する（**図3-6**）。

(ｵ) SUSカラムアダプタにSUSカラムを取り付ける。SUSカラムとアダプタの２箇所の接続部にはガスケットを入れる。シリコンゴムのカラムガスケット（250℃以下用）を用いる場合，１枚を挟みGM型ナットを手で締める（**図3-7**）。

図3-4　SUSパックドカラム

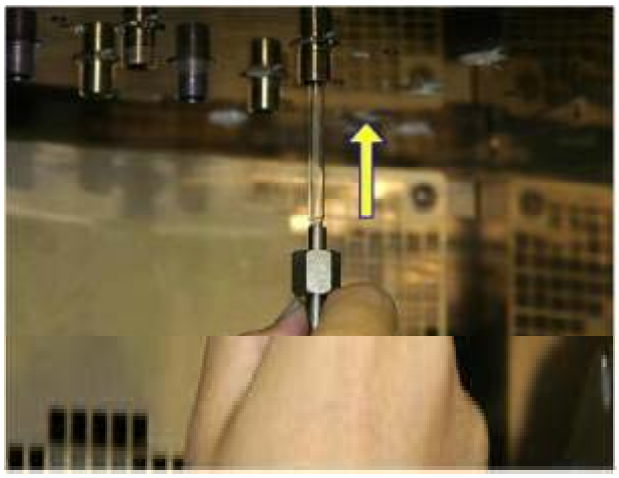


図3-5　ガラスインサートの取り付け

図3-6　カラムアダプタの取り付け

図3-7　接続部の締め

(ｶ) SUSカラムとアダプタの接続部２箇所をスパナで締める（**図3-8**）。

※古くなった場合，セプタム（注入口ゴム栓）の取り替えが必要。試料気化室注入口にピンセットでスペーサを挿入する。さらにセプタム・ニードルガイドの順に取り付け，セプタムナットを一杯まで締め付け，半周戻す。

図3-8　接続部の締め

③　キャピラリーカラム（**図3-9**）の取り付け

使用用具：10×12スパナ(標準付属品)，６×８スパナ２本(標準付属品)，キャピラリカッター（オプション221-50595-91）

図3-9　キャピラリーカラム

(ｱ) 装置を停止し，検出器ガス供給を停止する。ドア右側のレバーを引き，カラムオーブンを開く。

(ｲ) 通常は試料気化室にガラスインサートは挿入されている。ガラスインサートを準備する場合，試料気化室にガラスインサートをピンセットで挿入し，ガラスインサート固定ナットを取り付け，INJ用スパナで固定する。セプタム・ニードルガイドの順に取り付け，セプタムナットを一杯まで締め付け，半周戻す。

(ｳ) DET側にキャピラリアダプタを取り付け，スパナで締め付ける。

(ｴ) キャピラリカラムの入り口側に袋ナットを通してから，グラファイトフェルールを通す（**図3-10**）。

(ｵ) グラファイト固定具を用いてグラファイトフェルールを仮固定する。この際，グラファイト固定具より10mm程度キャピラリカラムを突き出しておき，固定具の先端でキャピラリカッター等を用いてカラムをカットする。SPL用の固定具を用いるとカラム先端より34mmの位置に固定される（**図3-10**）。

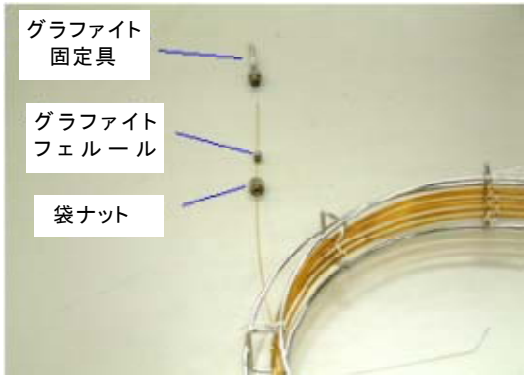


図3-10　グラファイトフェルールの固定

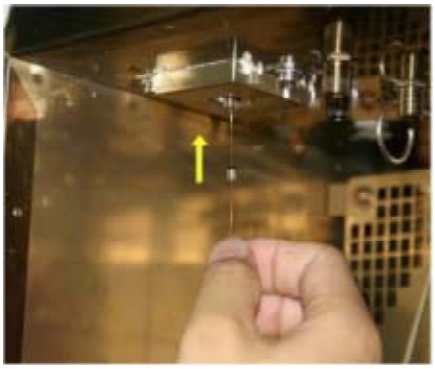


図3-11　カラムの差し込み

(ｶ) 固定具を用いてキャピラリカラムの検出器側にもグラファイトフェルールを固定する。通常は，割ナットを使用するのでグラファイトフェルールの前に袋ナットを通す必要はない。

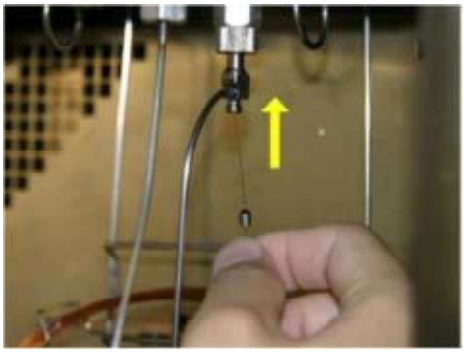


図3-12　カラムの固定

(ｷ) カラムをカラムハンガーに掛ける。試料注入口にカラムを差し込む（**図3-11**）。

(ｸ) ナットを手で回して締めた後，スパナで1/2回転程度締めて固定する（**図3-12**）。

(ｹ) 同様に検出器にカラムを差し込み，割ナットを手で回して締めた後，スパナで1/2回転程度締めて固定する（**図3-13**）。

図3-13　検出器にカラムの設定

④　フローコントローラの設定変更

(ｱ) GC電源を入れ，GC本体のFUNCボタンを押し，Function画面を表示させる。

(ｲ) 6 ボタン（環境設定）を選択し，ENTERボタンを押す。さらに 9 ボタン（その他の設定）を選択し，ENTERボタンを押す。

(ｳ) DAFCユニットの設定を，キャピラリーカラムの場合にはAMC.LRに，パックドカラムの場合にはDAFCにする（**図3-14**）。設定後，SYSTEMボタンを押す。

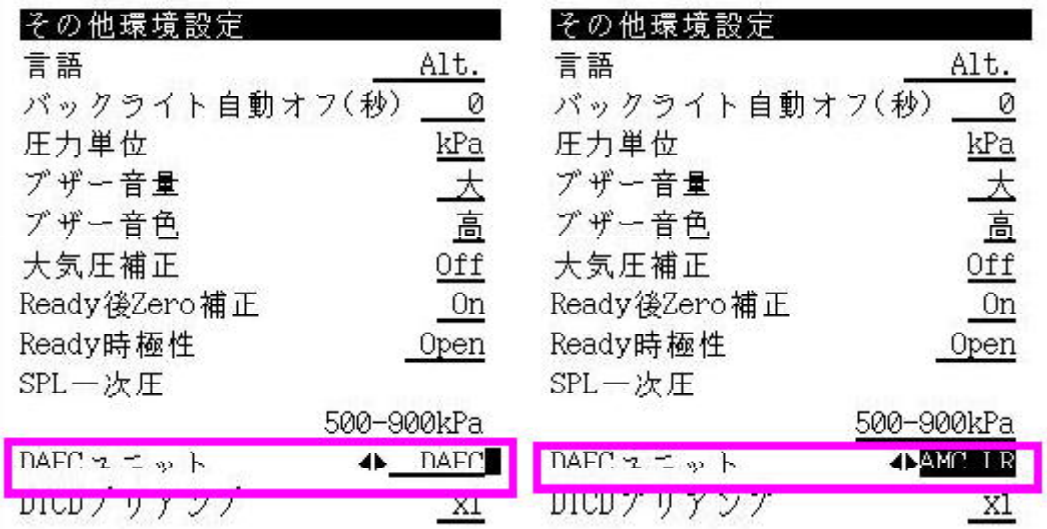


図3-14　DAFC ユニット設定の画面

⑤　配管漏れのチェック

(ｱ) キャリアガスの元栓を開ける。

(ｲ) GC電源がONになっていることを確認後，SYSTEMボタンを押す。「スタートタイム」を１分に設定する。画面の[温度・検出器制御開始]に「する」が選択されていることを確認する。

(ｳ) GC始動（PF１キー）を押すと，GC装置が始動し，キャリアガスが流れる。SETボタンを押し，(ｲ)で設定した時間後に，GC装置が起動する。その後，キャリアガスが設定値通りに流れていることを確認する。

図3-15　GC本体

(ｴ) 接続部（セプタム注入栓・試料気化室周辺・カラム接続部）にガス漏れ検知液（薄めた洗剤でも可能）をつけるなどして，漏れがないか確認する。ねじが緩い箇所などは，**図3-16**のように泡が生じるので，もう一度締め直す。

(ｵ) 確認ができたらSYSTEMボタンを押し，GC停止（PF１キー）を押して，「スタートタイム」を10分に設定する。

図3-16　ガス漏れ

イ　GC装置・PC及びGCsolutionの立ち上げ

①　キャリアガスの元栓が空いていることを確認する。

②　GC電源がONになっていることを確認する。

③　PCの電源をONにする。プリンタの電源がONになっていることを確認すること。

④　コンピュータが正しく立ち上がることを確認する。

⑤　画面上に表示されるGCsolutionアイコンをダブルクリックすると起動する。

⑥　GCsolutionのランチャー画面が現れることを確認する。

⑦　GCsolutionのランチャー画面において，装置１のアイコンを１回クッリクし，GC分析を起動する。

⑧　GCsolutionのログイン画面が現れるので，ユーザーIDにAdminと入力し，パスワードなしで，OKボタンを一回クリックする。すると，ピーっと音がし，システムがGC本体に認識される。

図3-17　キャリアガスの元栓

⑨　GC分析１メインウィンドウが現れることを確認する。

⑩　GCsolutionの分析画面において，新規に別のメソッドファイルを作成する場合は，設定する前に，ツールバーの新規作成ボタンを１回クリックする。既存の別のメソッドファイルを編集する場合は，ツールーバーの[ファイル]の[メソッドファイルを開く]から必要なファイルを選択する。

ウ　分析の準備

①　環境設定をする

(ｱ) アシスタントバーの環境設定とメンテナンスアイコンに続き，環境設定アイコンをクリックして，カラム情報などを含むGC装置構成を設定する。

(ｲ) ［有効なユニット］ツリーのユニットをクリックして選択し，中央の右矢印ボタンをクリックすると［分析に使用するユニット］に追加される（図3-18）。

図3-18　環境設定の画面

※オートサンプラはクリックしない。

※試料気化室・SPL1・・・キャピラリーカラム使用時に選択する。

DINJ1・・・パックドカラム使用時に選択する。

※検出器・DFID1・・・FIDを使用時に選択する。

DTCD1・・・TCDを使用時に選択する。

② パックドカラムの場合

(ｱ) 必要なユニットを全て[分析に使用するユニット]に追加したら，ユニット名称をダブルクッリクする。ユニットごとの環境設定（キャリアガスの種類，カラムの情報など）を設定する。

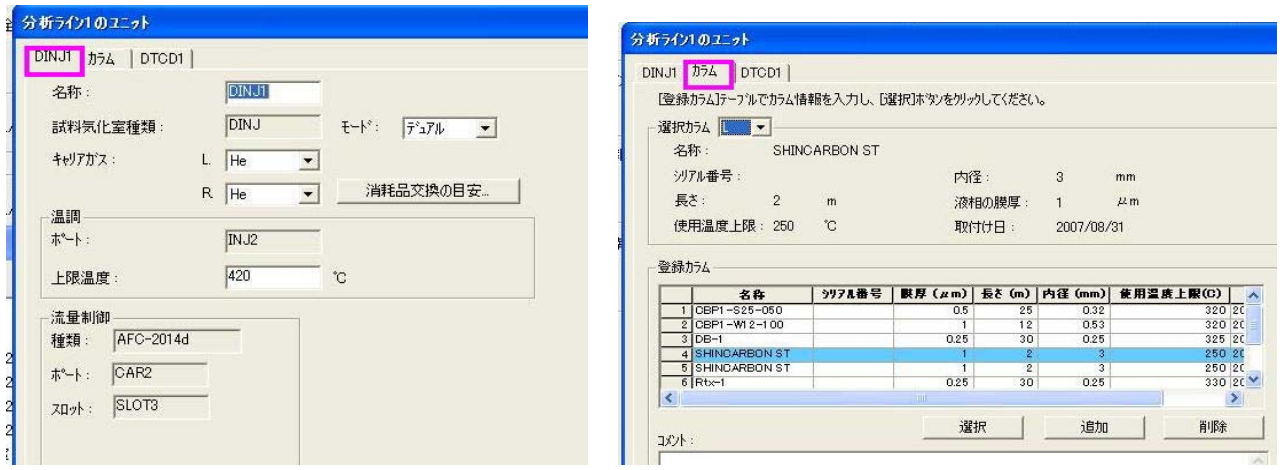


図3-19　分析ラインユニット画面

(ｲ) 試料気化室タブをクリックする。[気化室温度]を設定する。試料中の成分が充分気化できる温度に設定する（図3-20）。その他の設定をすると，その設定に応じて［全流量］［カラム流量］が再計算される。

※右クリックまたは通常／詳細ボタンで通常設定と詳細設定を切り換えることができる。通常設定画面では，頻繁に変更する項目のみ表示する。

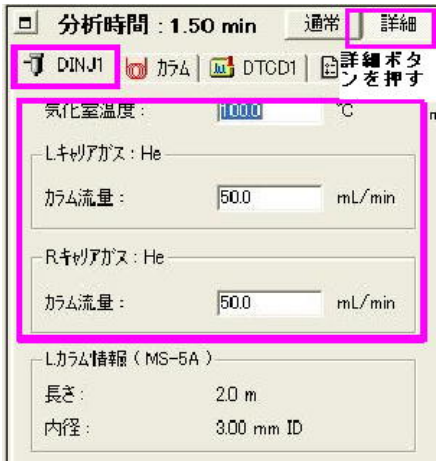


図3-20　気化室設定画面

(ｳ) カラムオーブンのタブをクリックする（図3-21）。[カラム温度]は初期温度を設定し，平衡時間は3.0分が基本である。カラムオーブン温度プログラムを設定する。

(ｴ) 検出器のタブをクリックする。[検出器温度]を設定する。常に，検出器温度はカラム温度以上に設定する。規定値では，検出器の終了時間（データ採取時間）は，カラムオーブンの温度プログラムの終了時間と連動する。

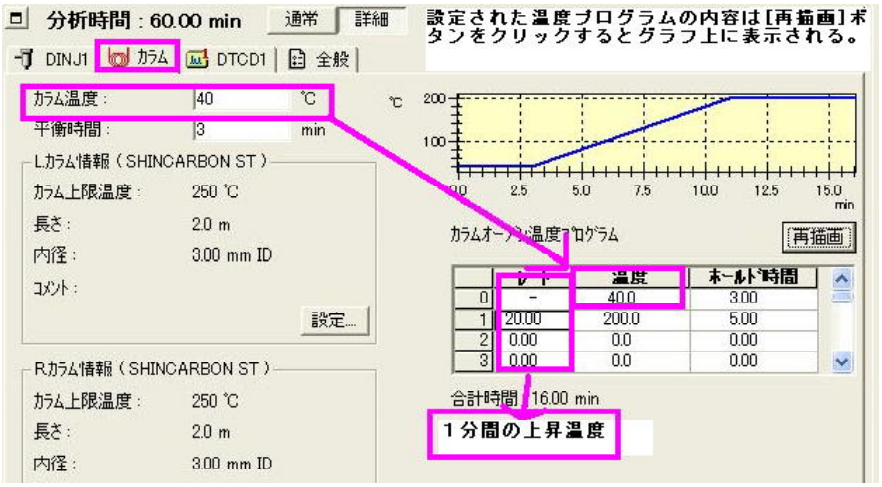


図3-21　カラム設定画面

図3-22　分析ラインユニット画面

図3-23　追加フロー設定画面

図3-24　気化室設定画面

(ｲ) 試料気化室タブをクリックする。[気化室温度]を設定する。キャリアガスのカラム流量やスプリット比なども設定する。スプリット比は10～30ぐらいを設定し，全流量が30mL/min以上に成るようにする。

(ｳ) カラムオーブンのタブをクリックする。[カラム温度]は初期温度を設定する。

(ｴ) 検出器のタブをクリックする。[検出器温度]を設定する。常に，検出器温度はカラム温度以上に設定する。

※FIDの場合は，全般タブをクリックし，検出器の自動点火が設定してあることを確認する。GC起動後，検出器温度が設定値に達したときに自動的に検出器フレームを点火する。また，FID用の空気コンプレッサーの電源を入れることを忘れないようにする。

図3-25　AMC.R流量設定画面

(ｵ) 追加フロータブをクリックする。AMC.R流量の設定をする。

④　メソッドファイルに保存する

設定した内容は，[ファイル]の[メソッドファイルに名前を付けて保存]を使ってメソッドファイルに保存する。

図3-26　メソッドファイルに保存画面

エ　GCの起動

① 装置へダウンロードする

設定した装置パラメータは，装置へダウンロードをクリックするとGCへ送られる。GC起動をクリックすると，送られた値でGCが起動する。Not ReadyからReadyマークが出るまで30分ほどかかる。GC起動後，温度や圧力を変更したい場合には，パラメーターを変更して装置へダウンロードボタンを押す。装置へダウンロードボタンを押すたびに変更した値が装置に送られる。

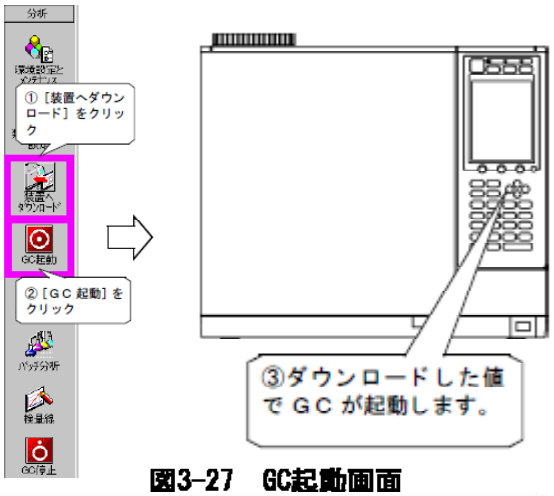


図3-27　GC起動画面

② ゼロ補正をする

Not ReadyからReadyマークが出たら，検出器信号のゼロ補正とスロープテストを行う。ベースラインが安定してきたら，［ゼロ補正］→［スロープテスト］を行う。スロープテストは，一連の分析開始前に一度行っておけば毎回の分析に行う必要はない。

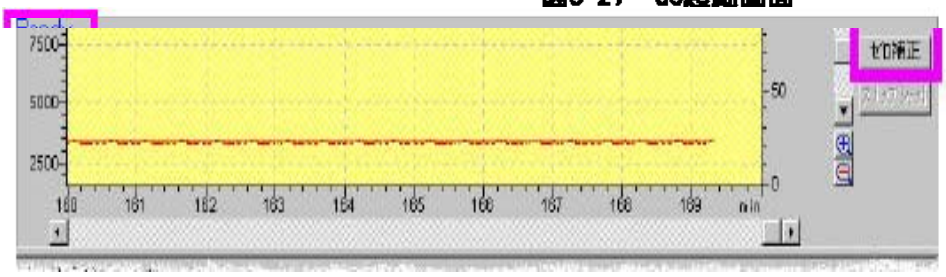


図3-28　ゼロ補正画面

③ サンプル登録を行う

まず，シングル分析→サンプル登録をクリックし，［サンプル名］［データーファイル］を指定しておく。［データーファイル］のみ指定していれば，登録できる。

図3-29　サンプル登録画面

④ サンプルを採取する

サンプルを採取する。シリンジで，何度か試料を出し入れしてから採取する。サンプルを注入できるように，シリンジをセットする。

⑤　開始する

開始アイコンをクリックし，サンプルを注入する。注入後はシリンジを差し込み口からはずし，GC本体の側のSTARTボタン を押してスタートとする。

オ　試料の注入方法

①　気体試料

注入量0.2～１mLで気体試料用のシリンジ（**図3-30**）で注入する。注入時には，かなり圧力がかかるため，しっかり押さえながら注入する。

図3-30　気体試料用シリンジ

②　液体試料

注入量１～２μLで液体試料用のシリンジ（**図3-31**）で注入する。液体試料のサンプリング方法には針先部分の試料が気化するので，試料を計り取った後，針先に空気を採取してから注入する。（**図3-32**）

図3-31　液体試料用シリンジ

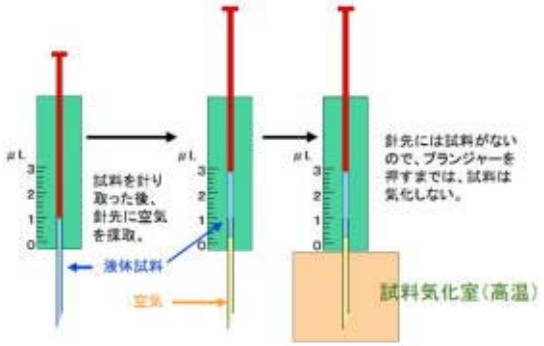


図3-32　液体試料のサンプリング方法

カ　検量線の作成

①　検量線に用いるデータファイルを設定する

「GC分析」アシスタントバーの検量線をクリックすると，「検量線」が表示される。「GC分析」の「検量線」と「データ摂取」には同じメソッドファイルの内容が表示される。「検量線」または「データ摂取」で別のメソッドファイルを読み込むと，「検量線」と「データ摂取」の両方に読み込まれて表示する。

データファイルの「データファイルツリー」で右クリックし，［追加］を選択する。データファイルの追加画面で，必要なデータを選択し，データを読み込む（**図3-33**）。

図3-33　検量線作成の画面

② 化合物テーブルウイザードを起動する

(ｱ) 化合物テーブルに，定量計算法（後述），検量線の種類，検量点数，濃度単位の設定し，次へのボタンを押す。

(ｲ) 化合物テーブルに登録するピークを選択する。下の[処理]のチェックボックスで目的成分のピークを全て選択し，次へのボタンを押す。

(ｳ) 化合物名と濃度などを入力し，その他の内容を確認し，完了ボタンを押す。

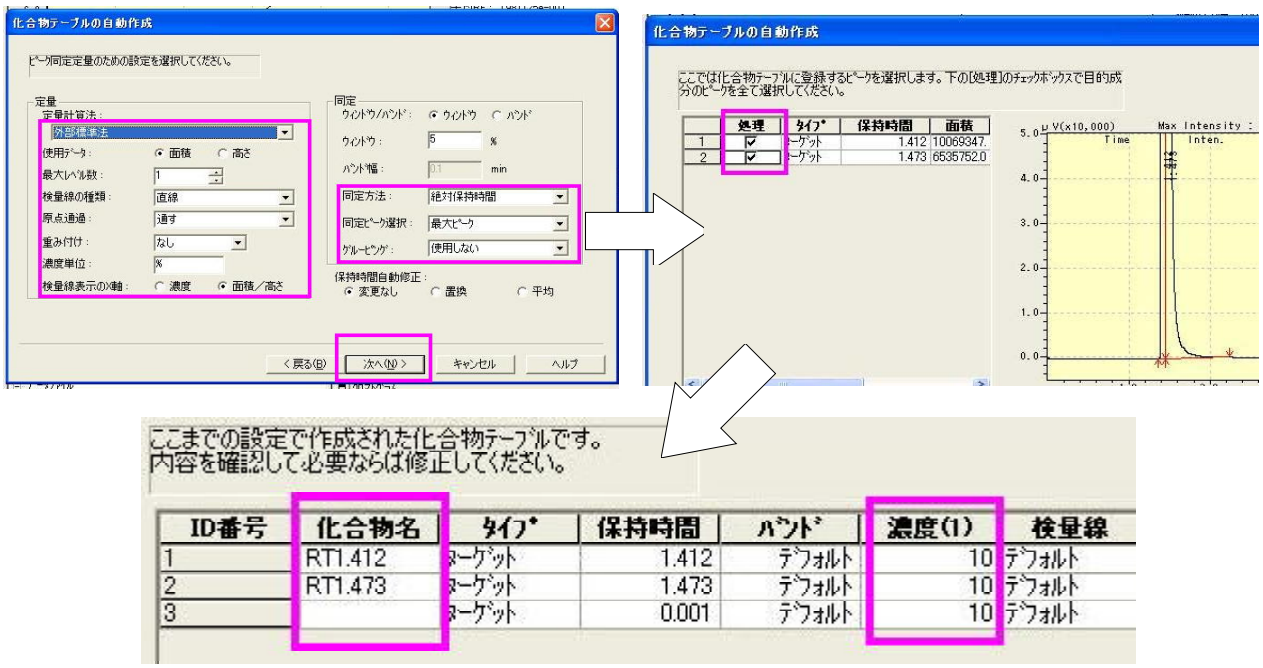


図3-34　検量線作成の画面

③ 検量線を作成する

「メソッド」ビューを表示モードにすると検量線が計算されて表示される。できあがった検量線を確認したら，[ファイル]メニューでメソッドファイルを保存する。その際，検量線で使用するデータファイルにも変更が保存される。

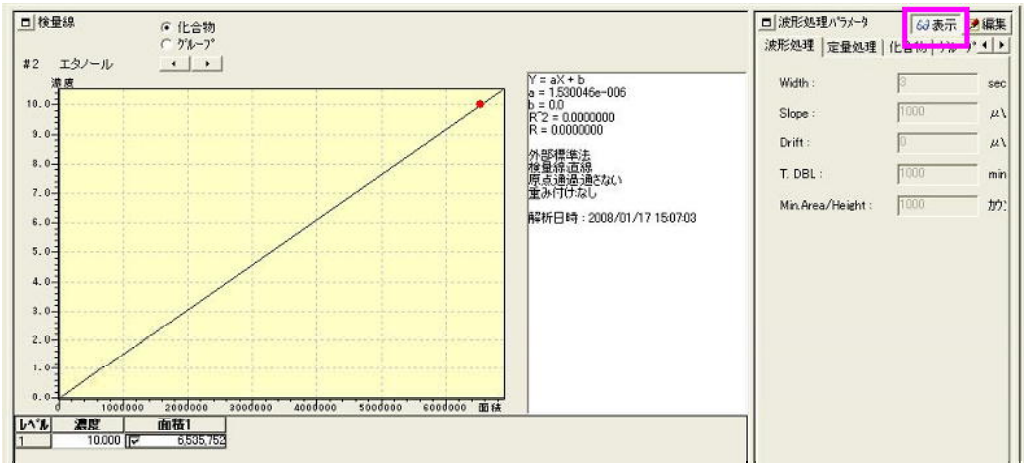


図3-35　検量線作成の画面

キ　分析結果の確認

① GC再解析を起動する

データ採取で得られたデータファイルを「データエクスプローラ」上でダブルクリックすると，「GC再解析」－「データ採取」が起動され，データファイルの内容を確認できる。また，操作メニューのGC解析アイコンをクリックして「GC再解析」を起動することもできる。

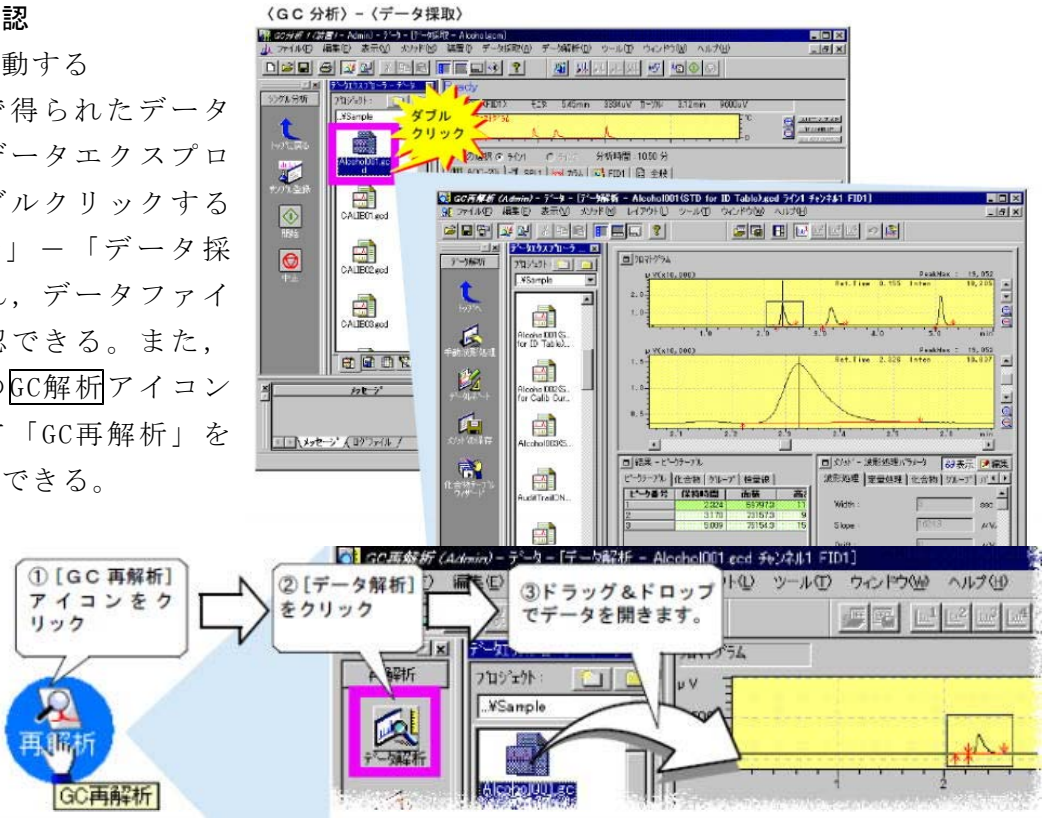


図3-36　GC再解析の画面

② 波形処理パラメータを変更し，データの再解析を行う

波形処理パラメータのWIDHに設定した値よりも幅の広い信号を採取したときに，それを１本のピークとして検出する。パックドカラムの場合は５～10，キャピラリカラムの場合は１～３の目安で設定するとよい。

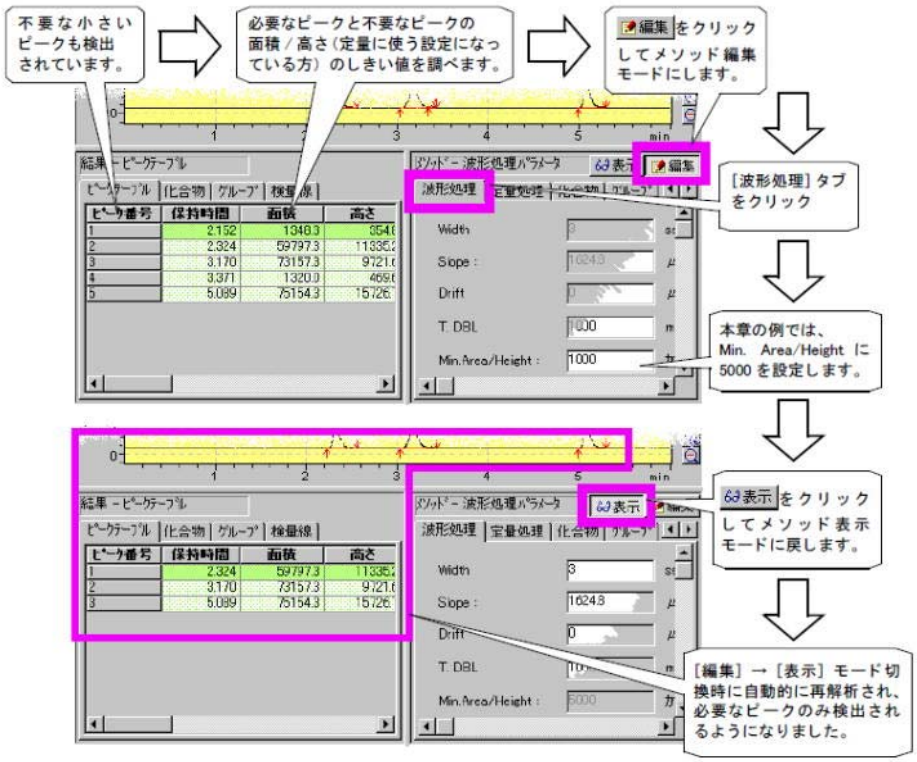


図3-37　波形処理パラメータの変更

③　定量に関するパラメータを設定する

(ｱ) 面積百分率法

［定量処理］パラメータで［定量計算法］に［面積百分率］を選択し，［濃度単位］を％に設定する。求まった値は，各ピークの濃度値としてピークテーブルに表示される。

図3-38　面積百分率法の設定画面

(ｲ) 外部標準法

［定量処理］パラメータで［定量計算法］に［外部標準法］を選択し，最大レベル数や検量線の種類などを設定する。

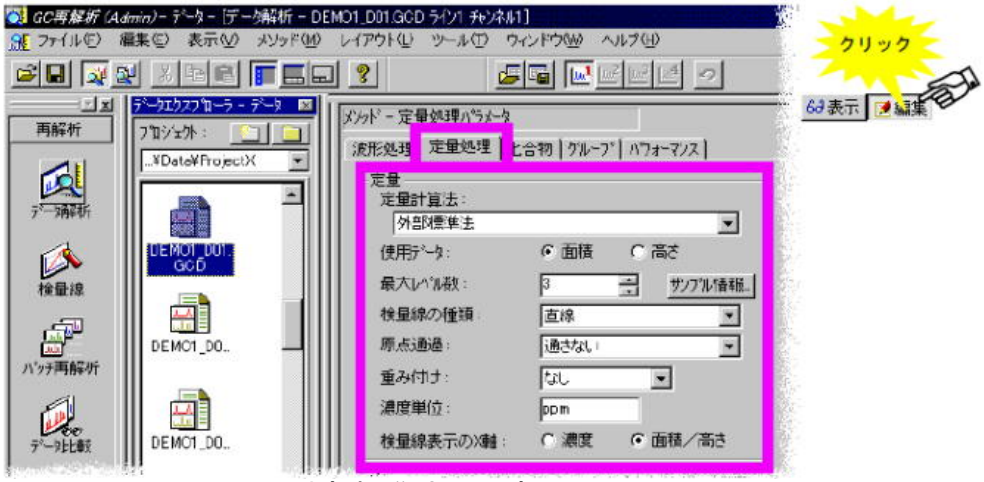


図3-39　外部標準法の設定画面

④　ファイルに保存する

最適な設定値が求まったら，［ファイル］メニューの［データファイルとメソッドファイルの保存］でファイルに保存する。

ク　GC の停止

①　GC停止ボタンでGCを停止し，しばらくして，「装置モニタ」でカラムオーブン温度が充分に下がっていることを確認する。

②　各プログラムを終了する。パソコンや周辺装置の電源を切る。

③　カラムオーブンの温度が十分に下がってからGCの電源を切る。

④ キャリアガス，検出器ガス，メイクアップガスなど，分析に使用するガスの供給を止める。

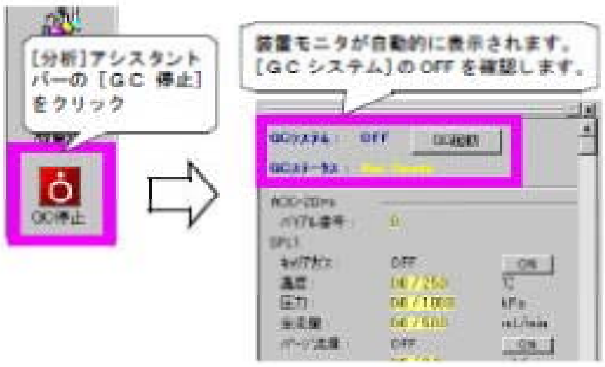


図3-40　GC停止画面

(3) 活用事例

ア　目的

空気成分を調べ，植物の呼吸や光合成について測定する。

図3-41　TCD VENT

イ　分析方法及び準備物

① パックドカラム恒温分析（TCD）
　カラムの名称：MS-5A（Lカラム）・PorapakQ（Rカラム）
　気化室温度：100℃・キャリアガス：He
　カラム流量：50.0mL/min
　検出器温度：100℃・検出電流：75mA・極性：+
② 準備物：ビニール袋・カイワレ大根

ウ　操作手順

① 分析に使用するカラムをカラムオーブン内に設定する。
② キャリアガスの元栓を開く。キャリアガスの一次圧（600kPa）を確認する。
③ 石鹸水をカラム接続部に塗り，キャリアガスの漏れをチェックする。
④ TCD VENTで流量を確認し，漏れがなければ，約10分間放置する（**図3-40**）。
⑤ 正面の扉を閉め，GC及び付属装置・パソコンや周辺装置の電源を入れる。[GCsolution]を起動し，[環境設定]などを設定する。

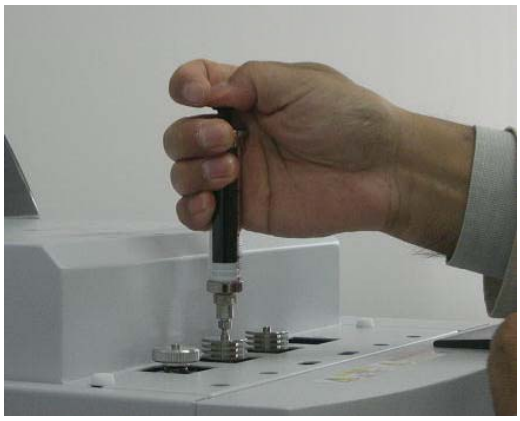


図3-42　サンプル注入

⑥ ［GC起動］でGCを起動させ，１時間くらいしてベースラインが安定してきたら，［ゼロ補正］→［スロープテスト］を行う。
⑦ 気体試料用のシリンジに５mL採取する。［開始］アイコンをクリックし，サンプルを注入する。注入後はシリンジを差し込み口からはずし，GC側の［START］ボタンを押して分析が開始する。

エ　分析結果

まず，空気中の酸素・窒素・二酸化炭素を測定する。次に，カイワレ大根をビニル袋に入れ，日の当たる場所と日の当たらない場所に置き，それぞれの気体を測定する。MS-5A（Lカラム）で酸素と窒素を，PorapakQ（Rカラム）で二酸化炭素を測定する。空気中の二酸化炭素濃度は360ppm，酸素78％，窒素21％であった。カイワレ大根を日の当たらない場所に置いたビニル袋内の二酸化炭素濃度は7148ppmと増加し呼吸をしていることが測定できた。

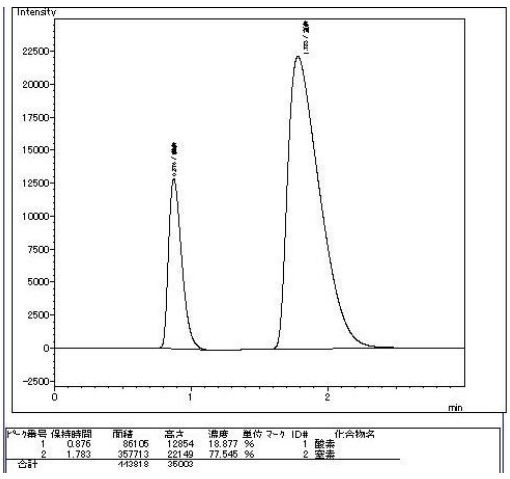


図3-43　分析結果レポート画面

4　高速液体クロマトグラフ

(1) 機能

高速液体クロマトグラフィー（High performance liquid chromatography，略してHPLC，以下「LC」という。）はカラムクロマトグラフィーの一種であり，機械的に高圧をかけた液体によって分析物をカラムに通し，分離・検出するものである。

機種

①CBM-20A　システムコントローラ

液クロ本体とコンピュータとを制御する。

②SPD-M20A　紫外可視検出器

分離された成分を190～800nmの紫外可視光で検出する。

③DGU-20A3　脱気装置（デガッサ）

展開溶媒中の溶存空気を脱気する。

④LC-20AT　送液ポンプ

３種類までの混合液を自動的に作成しカラムに展開溶媒を送るポンプ。

⑤CTO-10AS　カラムオーブン

カラムを一定温度に保つ。カラムに分析物を注入する。

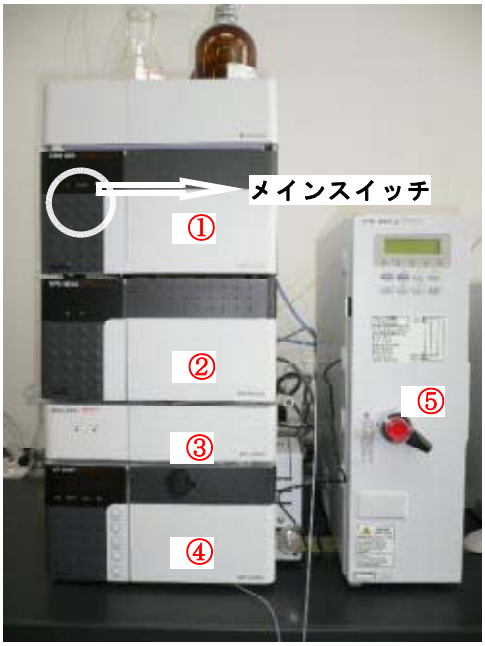


図4-1　液体クロマトグラフ

(2) 使用方法

分析の流れ

ア　移動相の準備
イ　LC装置及びPCの立ち上げ
ウ　LCsolutionの立ち上げ
エ　流路の洗浄
オ　緩衝溶液等のラインへの置換
カ　カラムの取り付け
キ　分析
ク　検量線の確認と未知試料の同定・定量
ケ　システムの終了とカラム等の事後処理

ア　移動相の準備

移動相としては次のものは使用しない。

濃硫酸，濃硝酸，ジクロル酢酸，アセトン，テトラヒドロフラン(THF)，ジクロロメタン，クロロホルム，ジメチルスルホキシド(DMSO)

KCl，NaCl，NH_4Clなどのハロゲンイオンを含む溶媒，あるいは反応などによってハロゲン化物イオンを生成する溶媒の使用はできるだけ避ける。

①　移動相をメンブランフィルタでろ過する（粉末試料を溶かした場合など）。

送液ポンプには流路にゴミ(固体）を入れないようにするためにサクションフィルタが使われている。この細孔径は10ミクロンであるため，それより小さいものは通過してしまい，

流路やカラムの詰まりや汚れの原因になってしまう。→ 0.45ミクロン程度のメンブランフィルタでろ過する。

② 移動相を室温に戻してから使用する

③ 移動相は注ぎ足ししない。

イ LC装置及びPCの立ち上げ

① システムコントローラ（CBM-20A）の電源（メインスイッチ）をONにする（集中コンセントを付けているのでこれだけですべての電源がONになる。）。他の機器の電源が入らない場合はメインスイッチを入れる前にシステムコントローラ以外のLC各装置(送液ポンプや検出器など)の電源をONにする。

② プリンタの電源をONにした後，PCの電源をONにする。

ウ LCsolutionの立ち上げ

① PC画面上に表示されているLCsolutionのアイコンをダブルクリックする（**図4-2**）。

図4-2 LCsolutionのアイコ

② LCsolutionのランチャー画面が現れることを確認する（**図4-3**）。

③ LCsolutionランチャー画面において，分析に使用するLCシステムシステム１のアイコンをクリックする。

④ LCsolutionのログイン画面が現れるので，ログインID（admin）とパスワード（なし）を入力した後，OKボタンを一回クリックする（**図4-4**）。

⑤ システムコントローラがピーと鳴って，分析画面が開く（**図4-5**）。

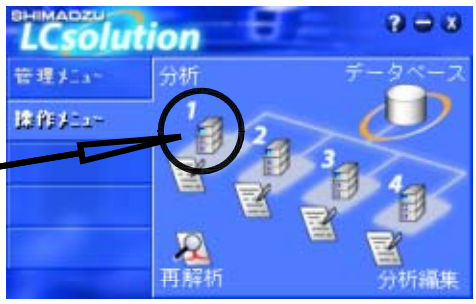


図4-3 LCsolutionランチャー画面

⑥ 分析画面に，「準備完」の表示が現れていることを確認する。

図4-4 LCsolutionログイン画面

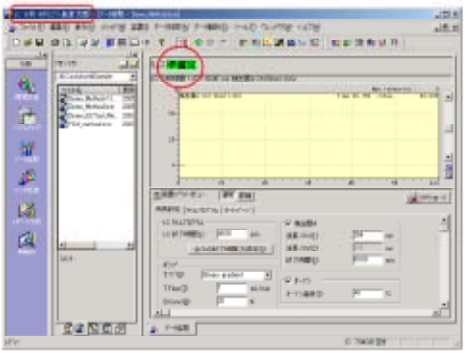


図4-5 LCsolution分析画面

エ　流路の洗浄

液クロシステムは，前回使用後に流路等を洗浄して終了していることを前提とする。洗浄後は，ラインＡ～Ｄは次の溶媒中に付けられている（**図4-6**）。

ラインＡ…メタノール	ラインＢ…メタノール
ラインＣ…70％メタノール水溶液	ラインＤ…70％メタノール水溶液

使用前に，流路を洗浄するときには，次のようにラインＡをイオン交換水に変更する（**図4-7**）。

ラインＡ…イオン交換水	ラインＢ…メタノール
ラインＣ…70％メタノール水溶液	ラインＤ…70％メタノール水溶液

図4-6　使用前の状態

図4-7 洗浄時の状態

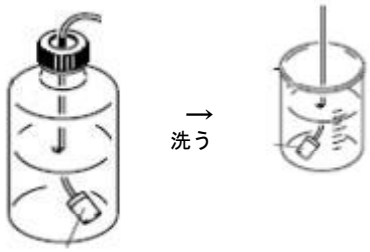


図4-8 サクションフィルタの洗浄

ラインＡのサクションフィルタをイオン交換水に漬けるとき，イオン交換水で数回洗ってから漬ける（**図4-8**）。

エー１　流路の洗浄（イオン交換水によるパージ）

① 廃液ビンをセットする。
② 清潔なビーカを用意し，これにイオン交換水を入れる。
③ ラインＡのサクションフィルタをリザーバビンから抜き出して②のビーカに入れた後，フィルタ部分を振動させてサクションフィルタを洗浄する。
④ その後，きれいなイオン交換水の入ったビンに挿入する。
⑤ ［ファイル］メニューから［メソッドを開く］を選択する。
⑥ メソッドの中［開始］フォルダ中の［パージ］を選択して開く。
⑦ ダウンロードボタンを選択する。
⑧ ドレインバルブを開く（**図4-9**）。
⑨ 画面の上のツールバーの[アクティベートボタン] を押してONにする（ポンプがONになって送液が開始される。）。
⑩ 画面の左の[シングル分析開始]ボタンを押してダミー分析を開始する（先ほど選んだパージのメソッドにパージのプログラムを組んであるので，ダミーで分析して装置が稼働し，パージが行われる。）。

図4-9 ドレインバルブ

⑪　シングル分析のファイル名などの入力画面になるので，データファイル名を［パージ］等，適当な名前にして OK ボタンを押す（**図4-10**）。

⑫　ダミーなので，「データOFFのなっています。独行しますか。」と聞いてくるので，はいを押す。

⑬　開始ボタンを押す。その後，Ａ液（水）だけが流れ，20分後に「分析中」から「準備完」の表示になる。

⑭　画面上のツールバーのアクティベートボタン を押してOFFにする。

⑮　ドレインバルブを閉める。

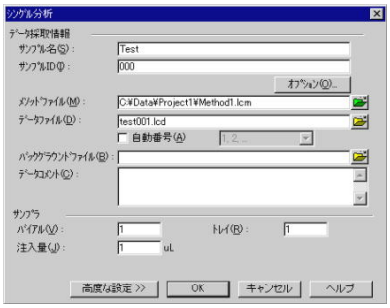


図4-10 シングル分析画面

エー２　流路の洗浄（イオン交換水による流路全体の洗浄）

①　［ファイル］メニューから［メソッドを開く］を選択する。

②　メソッドの中の［開始］フォルダ中の［分析前洗浄］を選択して開く。

③　ダウンロードボタンを選択する。

④　画面の上のツールバーのアクティベートボタン を押してONにする。

⑤　10分以上送液後アクティベートボタンを押してOFFにする。

オ　緩衝溶液等のラインへの置換

水以外の溶液をＡラインで使用する場合，ラインをその液で置換する必要がある。ラインラインＢ等でメタノール以外を使用する場合も同様である。

オー１　緩衝溶液等の流路への置換（パージ）

①　ラインＡのサクションフィルタを緩衝液で共洗いし，緩衝液の入ったビンに挿入する。

②　［ファイル］メニューから［メソッドを開く］を選択する。

③　メソッドの中の［開始］フォルダ中の［パージ］を選択して開く。

④　ダウンロードボタンを選択する。

⑤　ドレインバルブを開く（**図4-9**）。

⑥　画面の上のツールバーのアクティベートボタンを押してONにする（ポンプがONになって送液が開始される。）。

⑦　３～５分後，画面上のツールバーのアクティベートボタンを押してOFFにする。

⑧　ドレインバルブを閉める。

オー２　緩衝溶液等の流路への置換（流路全体への置換）

①　［ファイル］メニューから［メソッドを開く］を選択する。

②　メソッドの中の［分析］フォルダ中の［カフェイン分析］を選択して開く（このマニュアルはその後カフェインの分析を行うこととして記述している。それ以外の場合，分析条件によりメソッドを新規作成により作成する。）。

③　ダウンロードボタンを押す。

④　画面の上のツールバーのアクティベートボタンを押してONにする。

⑤　10分以上送液後アクティベートボタンを押してOFFにする。

カ　カラムの取り付け

カラムは分析条件に合わせて選択する。

① 使用するカラムを接続する。接続位置と接続向きに注意する。接続するカラムはガードカラムよりも流れの後側の部品A（カップリング）と交換することになる。カラムの両側のフタは部品Aに付けておく（**図4-11，4-12**）。カラムには向きがあるので，移動相の流れの向きにカラムの矢印をあわせる（**図4-13**）。

図4-11 カラムの取り付け位置

図4-12 カラムの取り付け

図4-13 カラムの向き

② 画面の上のツールバーの[アクティベート]ボタンを押してONにする。

③ カラムの取り付け口等から液漏れがないことを確認した後，カラムをオーブン内に固定する。

⑤ 画面右上の[プロット]ボタンを押してクロマトグラムを画面で確認できるようにする。

⑥ ベースラインの安定まで約30分かかる。

⑦ ベースラインのゼロ補正は，PDA検出器の[ゼロ補正]のボタンを押す。

⑧ ベースラインが安定したら，画面右上の[中止]ボタンを押し，クロマトグラムのモニターを中止する。

キ　分析

ここでは，カフェインをＡラインでリン酸緩衝液，Ｂラインでメタノールを用いて分析する手法について記述する。分析の流れは次のようである。

キー１　分析（標準試料の試し打ち）

分析を始める前に，標準試料を用いて，リテンションタイム等をあらかじめ確認しておく。

① ［クロマトグラムビュー］ で，「準備完」 が表示されていること，ベースラインが安定 していることを確認する。

② ［LC 分析］画面左のウィンドウのアシスタントバーにある[シングル開始]ボタン をクリックする。

③ ［シングル分析］ 画面が表示される（**図4-14**）。

④ 各項目を次のように設定する。

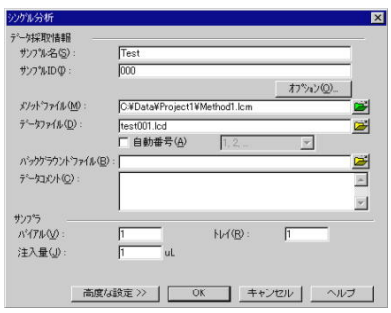


図4-14 シングル分析画面

メソッドファイル：使用するメソッドファイルを選択する。
データファイル：試し打ちなので適当にファイル名を入れる。
バイアル：－１
トレイ：無視する。
注入量：これから打つ試料の量を入力する。

⑤　ＯＫボタンを押す。

⑥　マイクロシリンジに，標準試料を必要量入れる（**図4-15**）。

⑦　マニュアルインジェクター部にシリンジを差し込みバルブをロード方向に回転させ，試料を注入しインジェクション方向にバルブを回転させると自動的に分析が開始する（**図4-16**）。

図4-15 マイクロシリンジ

図4-16マニュアルインジェクション

⑧　クロマトグラムに必要なものがすべて出たと思われたら，画面上の左の中止ボタンを押す。

キー２　分析（波形処理パラメータの設定）

①　画面左のアシスタントバーにあるデータ解析アイコンをクリックする。このことで，採取したデータファイルが読み込まれた状態で［LC 再解析］の［LC データ解析］が起動する。

②　［クロマトグラムビュー］上で右クリックし，表示されるメニューから［データ処理パラメータ］をクリックする（**図4-17**）。［データ処理パラメータ（データ内メソッド）］画面が表示される（**図4-18**）。

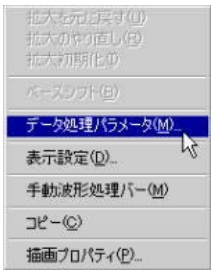


図4-17 選択画面

③　波形処理タブをクリックし，波形処理パラメータに適切な数値を入力して適用をクリックする。（詳細はマニュアルp. 23）

④適当な波形処理結果が得られたら，OK をクリックする。

図4-18 データ内メソッドの画面

キー３　分析（データ処理パラメータの作成）

①　［LCsolution ランチャー］で再解析

をクリックする。［LC 再解析］が起動する。

②　アシスタントバーにあるLC データ解析アイコン をクリックする。［LC データ解析］ウィンドウが表示される。

③　［ファイル］メニューの［データファイルを開く］を選択し，キー１で測定済みの試し打ちのデータファイルを指定する。キー１からの一連の作業を行っている場合は，開かなくて

も既に開いている。

④　左のアシスタントバーにある[ウィザード]アイコン をクリックする。［化合物テーブルウィザード］ が表示される。

⑤　波形処理パラメータが適切であることを確認し，[次へ]をクリックする。

⑥　**図4-19**の画面となる。化合物テーブルの処理の欄の登録するピークにチェックマークを付ける。ここでチェックを入れたピークについて，以後の操作で検量線を自動的に作成し，ここで登録された保持時間に対して一定の許容範囲内に検出されたピークが，分析や再解析の際の定量計算の対象となる。設定ができたら[次へ]をクリックする。

⑦　**図4-20**の画面になる。定量計算方法と検量線の種類を設定しする。最大レベル数はこれから作成する検量線に使うデータ数である。設定ができたら[次へ]をクリックする。

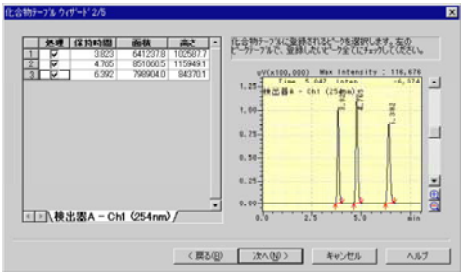


図4-19 化合物テーブルウィザード２／５

図4-20 化合物テーブルウィザード３／５

⑧　**図4-21**の画面になる。詳しい設定内容はマニュアルp. 30参照。

⑨　**図4-22**の画面になる。化合物名の欄に各ピークに相当する化合物名を入力する。濃度の欄には，⑦で設定した検量線に使うデータ数の数だけ枠があるので，分析する順番に標準試料の濃度を入力する。それ以外の詳しい設定内容はマニュアルp. 31参照。

図4-21 化合物テーブルウィザード４／５

図4-22 化合物テーブルウィザード５／５

⑩　化合物テーブルの詳細設定を行い，[完了]をクリックする。

⑪　［化合物テーブルウィザード］ の設定が終了したら，化合物テーブル右上の[表示]ボタンをクリックし，化合物テーブルの編集を確定する（**図4-23**）。

図4-23 化合物テーブルの確定

キー４　分析（データ処理パラメータのオリジナルメソッドへの適用）

①　［LC データ解析］ アシスタントバーにある[メソッドの適用]アイコン をクリックする。メソッドファイルの名前を指定する画面が表示される。

②　メソッドファイルの名前を指定し，[OK]をクリックする。名前を指定する画面には，オリジナルのメソッドファイル名が入力されている。［LC データ解析］で設定したデータ内メソッドの内容を，オリジナルのメソッドファイルに適用する場合は，そのまま[OK]をクリッ

クして，メソッドファイルを上書きする。

③　［メソッドパラメータの選択］画面が表示される。

④　そのままの状態で OK をクリックする。設定・変更したデータ処理パラメータの内容が，オリジナルメソッドに上書き保存される。

キー５　分析（バッチ分析）

ここでは，バッチ分析を行うことで，標準試料による検量線作成，未知試料の同定・定量を一度に行う手順について説明する。

①　「LC 分析」のアシスタントバートップにあるバッチ処理アイコン をクリックする。バッチテーブルが表示される。

②　［ファイル］メニューの［ バッチファイルの新規作成］を選択する。

③　バッチテーブルにバッチ分析のスケジュールを入力する。

注入量…これから注入する試料の量を入力する。

サンプルタイプ…標準サンプルの場合［標準］，未知試料の場合［未知］を選択する。また，検量線作成用の一番最初の標準サンプルの場合は，［検量線初期化］ を有効にし，２番目以降の標準サンプルの場合はサンプルタイプを［検量線の追加］を選択する。

レベル番号…標準サンプルの場合，検量線に使うデータの順番に番号を入力する。未知試料の場合は「０」を入力する。

それ以外の詳しい設定内容はマニュアルp.26参照。

④　設定したバッチテーブルに名前を付けて，適当なフォルダにバッチファイルとして保存する。

⑤　［LC 分析］でバッチテーブルを開いた状態で，［バッチ処理］アシスタントバーにあるバッチ開始アイコン をクリックする。バッチテーブルに設定した順にバッチ分析が行われる。

⑥　マイクロシリンジに，標準試料を必要量入れる。

⑦　マニュアルインジェクター部（**図4-16**）にシリンジを差し込みバルブをロード方向に回転させ，試料を注入しインジェクション方向にバルブを回転させると自動的に分析が開始する。

⑧　１番目の分析が終了したら，画面左上の表示が「分析中」から「準備完」に変わったことを確認し，２番目以降の試料を順次分析していく。

⑨　未知試料も含めて，すべて分析が終わったら，装置のアクティベートをOFFにする。

ク　検量線の確認と未知試料の同定・定量

① 画面左のデータ解析ボタンを押す。

② キー５で分析した，未知試料のデータを開く（**図4-24**）。

③ ［化合物テーブルビュー］ の［ID#］ 欄の番号をクリックすると，キの操作によって得られた各成分の検量線が［検量線ビュー］ に表示される。

④ ［化合物テーブルビュー］ の結果タブの［濃度］ には，データ内に保存された検量線により，ピーク面積または高さ値から計算された未知試料中の各成分の濃度値が表示される。

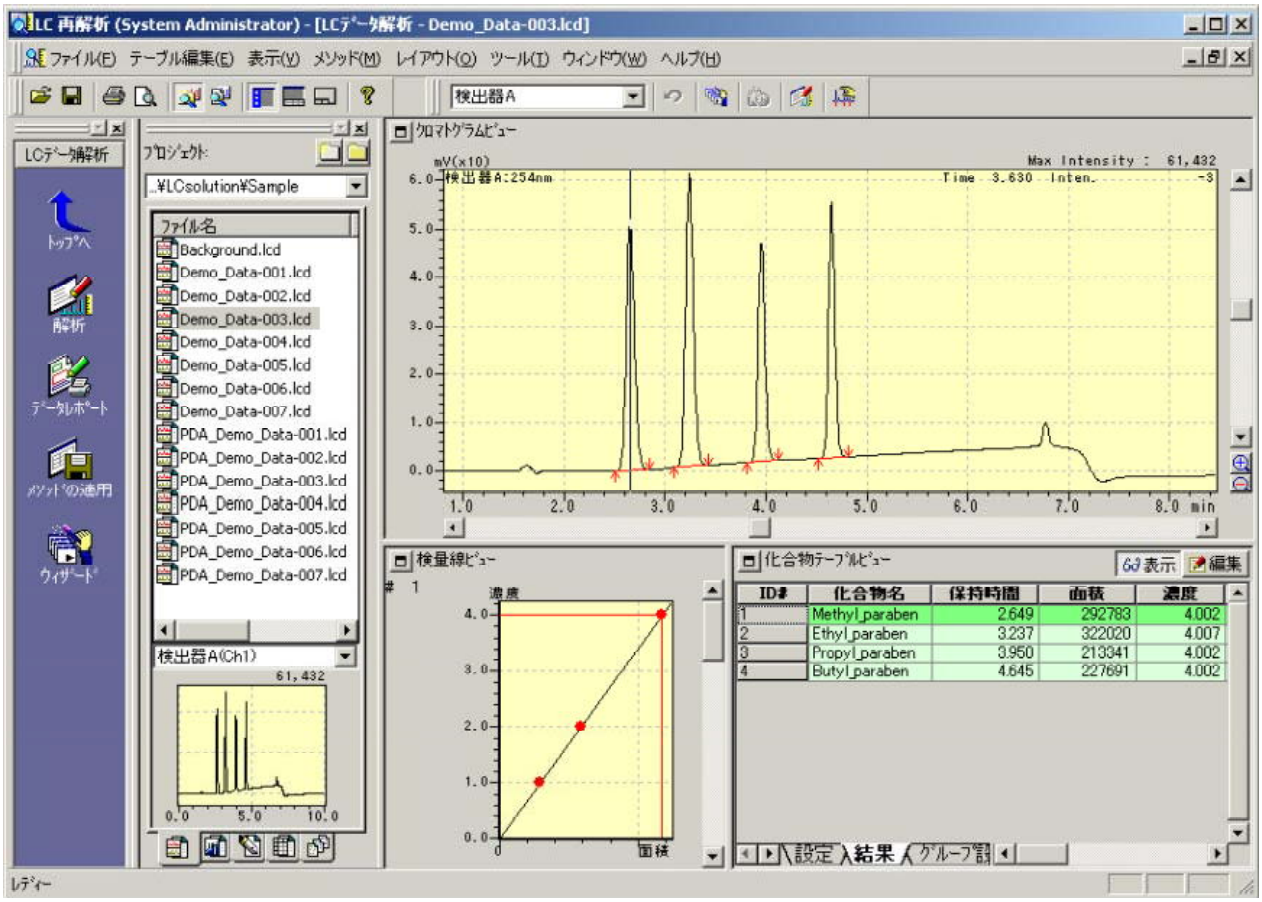


図4-24　データ解析画面

ケ　システムの終了とカラム等の事後処理

ラインＡ…イオン交換水	ラインＢ…メタノール
ラインＣ…70％メタノール水溶液	ラインＤ…70％メタノール水溶液

ラインＡに緩衝溶液等を使用している場合は，ラインＡをきれいなイオン交換水に漬ける。終了操作は，終了フォルダ中にメソッドとして保存してある。疎水性の溶媒や特別な溶媒を使用しない限り，この終了メソッドに従って終了操作を行えばよい。

① ［ファイル］から，［メソッドファイルを開く］を選択し，終了フォルダ中の［(1)ポンプＡの置換］を呼び込み，LCsolutionの[ダウンロード]ボタンを押す。

② Ａ液の瓶の中を水に交換する。

③ ポンプのドレインバルブをあける。

④ ポンプ本体の[Pump]ボタンを押した後，数秒たってもう一度[Pump]ボタンを押して止める。その後，ポンプの[Purge]ボタンを押す（**図4-25**）。

図4-25 ポンプのボタン

⑤ Purge後，ポンプのドレインバルブを閉じる。

⑥ ［ファイル］から，［メソッドファイルを開く］を選択し，終了フォルダ中の［(2)カラムの洗浄］を呼び込み，LCsolutionの[ダウンロード]ボタンを押す。

⑦ LCsolutionの[アクティベイト]ボタンを押して，装置を稼働させる。

⑧ ファイル名を「終了ダミー」と入力してダミーで１回分析する。経過時間は左上のPPA分析時間で確認できる。

⑨ 分析スタート後，80分経過したら，ポンプの「Pump」ボタンを押す。

⑩ LCsolutionの[中止]ボタンを押して，分析を強制終了する。この操作によりカラムが水で十分に洗浄され，カラム中にきれいなイオン交換水が充填されていることになる。

⑪ カラムを外し，カラムの入口・出口の配管をカップリングでつなぐ。

⑫ カラムには　カップリングに着いていたふたをしっかりとして保存する。

⑬ Ａ液の移動相チューブをＢ液瓶（メタノール）に入れ，ポンプのドレインバルブをあけ，ポンプの「Purge」ボタンを押す。

⑭ Purge後，ポンプのドレインバルブを閉じる。

⑮ ［ファイル］から，［メソッドファイルを開く］を選択し，終了フォルダ中の［(3)カラム取り外し後の洗浄］を呼び込み，LCsolutionの[ダウンロード]ボタンを押す。

⑯ LCsolutionの[アクティベイト]ボタンを押して，装置を稼働させる。

⑰ 10分後[アクティベイト]ボタンを押して，装置を止める。

⑱ LCsolutionを閉じる。

⑲ 装置をOFFにする。

【注】普段のメンテナンス

○ カラムを付けていない状態で，１ヶ月に１度程度，溶液を70％メタノール水溶液に変えてケの⑬～⑲の操作を行う。

○ 緩衝液を使った場合は，水でしっかりと流路を洗浄した後使用し，使用後も水でしっかりと洗浄する。

５　イオンアナライザ

(1) 機能

イオンクロマト法は，試料に含まれている複数のイオン種をイオン交換基との間の結合力の差を利用して分離した後，溶離液イオンと各イオンの電気電導度の差を測定することによりイオンの検出，およびイオン濃度を測定できる。

図5-1　PIA-1000

機種

島津パーソナルイオンアナライザ　PIA-1000

カラムの種類　（図5-2）

ア　陽イオン分析用　Shim-packIC-C3(S)（**図5-2**上）

イ　陰イオン分析用　Shim-packIC-A3(S)（**図5-2**下）

図5-2　カラムの種類

(2) 使用方法

分析の流れ

ア　流路の洗浄

イ　移動相の脱気

ウ　カラムの接続とコンディショニング

エ　データディスクの準備

オ　分析

カ　システムのシャットダウン

キ　カラムと装置の事後処理

アー１　流路の洗浄（洗浄液，移動相の準備）

長期停止後やカラムを変更する場合，カラムを取り付ける前にすべての流路を洗浄する。洗浄は次のａ～ｄの順番に洗浄液，移動相を交換して行う。

前回の使用後，70%エタノールで洗浄後に終了している場合は，次のａ，ｂの処理は省略することができ，ｃ，ｄのみ行う。

a	100%イオン交換水	流量：0.5mL/min	１分その後1.0mL/min９分
b	70%エタノール水溶液	流量：0.5mL/min	30分
	（エタノール：イオン交換水＝70：30）		
c	100%イオン交換水	流量：1.0mL/min	10分
d	次に使用する移動相	流量：1.0mL/min	30分

① サクションフィルタ（マニュアル4-8，**図5-3**）をイオン交換水で洗う。

② その後，サクションフィルタを，流す液（ａ～ｄ）で共洗いする（イオン交換水の場合はこの②の操作は不要）。

図5-3　ｻｸｼｮﾝﾌﾌｨﾙﾀ

図5-4　移動相ボトルと廃液ボトル

③　移動相ボトルに，これから流す液（ａ～ｄ）を入れ，サクションフィルタを差し込む（パージ，洗浄だけならばビーカーでよい)。

アー２　流路の洗浄（気泡トラップの準備）

流路をパージする前に気泡トラップの準備を行う。

①　気泡トラップのピン（**図5-5**）を外しディスポーザブルシリンジを差し込んで，これからバージを行うサクションフィルタを差し込んでいる液（ａ～ｄ）を吸引する（**図5-6**，**5-7**)。

②　液が気泡トラップに満たされたら，ディスポーザブルシリンジを取り外し，ピンをしっかりと差し込む。

図5-5　気泡トラップ

図5-6　液の吸引

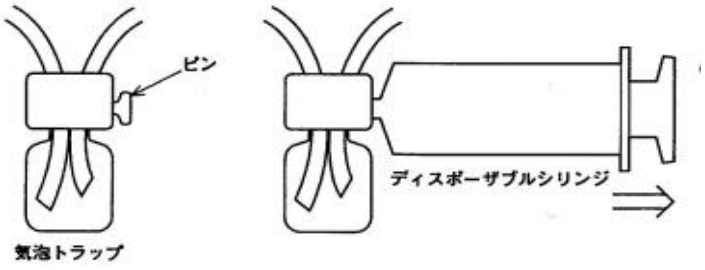


図5-7　気泡トラップへのシリンジの接続

アー３　流路の洗浄（システムの準備）

洗浄液や移動相の交換を円滑に行うため，パージ機能を使用する。

①　本体の電源をＯＮにする。

②　**図5-8**のメインメニュー画面になる。分析モニタにタッチする。

③　**図5-9**のメソッド選択画面になる。これから分析に使用するカラムにタッチする。

④　**図5-10**の分析画面になる。右下の移動相の残量にタッチする。

⑤　**図5-11**のポンプオペレーション画面になる。

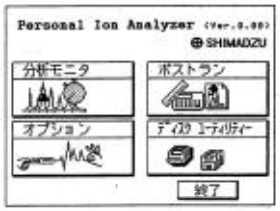


図5-8　メインメニュー

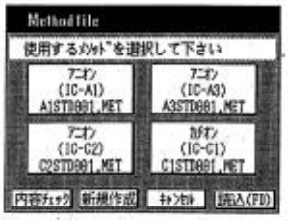


図5-9　メソッド選択

図5-10　分析画面

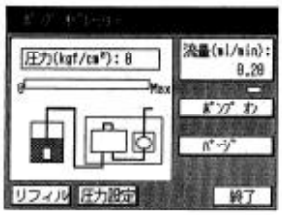


図5-11　ﾎﾟﾝﾌﾟｵﾍﾟﾚｰｼｮﾝ

アー４　流路の洗浄（パージの実施）

パージとはポンプまでの液を置換する操作のことである。

①　**図5-11**の右下のパージボタンにタッチする。

②　ドレインバルブ（**図5-12**）を開けて，画面の指示に従ってパージを行う。パージは数分で自動停止する。

【注】パージを始めて，ドレインチューブ（廃液タンクに入れている白いチューブ）の先か

ら液が出ていることを確かめる。液が出ていない場合は，ポンプに空気があり，送液が行われていない可能性があるので，次の操作を行い，強制的にポンプに液を送る。

ディスポーザブルシリンジの先に針を取り付けてドレインチューブの出口先端にこの針を差し込み，液を吸引する。

図5-12　ドレインバルブ

図5-13　吸引用針

図5-14　強制吸引

アー５　流路の洗浄（流路全体の洗浄）

パージが終了したら流路全体を洗浄する。

① **図5-11**の流量にタッチし，これから流す液（ａ～ｄ）に応じて**アー１**により流量を本体のキーボードから入力し「エンター」を押す。

② **図5-11**のポンプオンにタッチし，流す液（ａ～ｄ）に応じて**アー１**に示した時間，液を流す。

③ 時間になったらポンプオフにタッチし，液を止める。

アー６　流路の洗浄（洗浄液，移動相を変えて洗浄）

① **アー１**に従い液を変えて（通常ｃ，ｄ）**アー２**，**アー４**，**アー５**を繰り返す。

② 流路が使用する移動相で満たされたら，カラムを取り付けることができる（**ウ**の操作）。

イ　移動相の脱気

洗浄，分析に用いる洗浄液，移動相は，使用する前に脱気しておく必要がある。

① 使用する溶媒，溶液を**図5-15**のようにアスピレータにつなぎ脱気する。

② 効率を上げるため，超音波洗浄機につけるか，マグネティックスターラーで攪拌（かくはん）する。

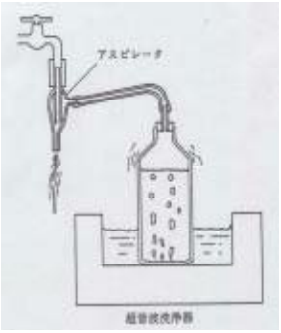


図5-15　脱気

ウ　カラムの接続とコンディショニング

分析に適したカラムを接続する。カラムにはエタノールなどを流してはならない。イオンアナライザに使用するカラムは，基本的には専用の移動相のみを流す。

① パージと流路の洗浄が終了したら，ドレインバルブを閉じて液（使用する移動相）を送液し，インジェクタの出口配管から液が流れ出るのを確認する（**図5-16**）。送液は**図5-11**のポンプ操作画面の［ポンプのオン・オフ］ボタンで行う。確認できたら，送液をいったん停止する。

図5-16　インジェクタの出口配管

② 流量を，使用するカラムに対して，適量に調節する。流量の調節は同じ画面の［流量］にタッチして，数値を入力し，「エンターキー」を押す。

③ 使用するカラムを接続する。接続するカラムはインラインフィルタよりも流れの後側の部品Ａ（カップリング）と交換することになる。カラムの両側のフタは部品Ａに付けておく（**図5-17，5-18**）。

図5-18　カラムの接続

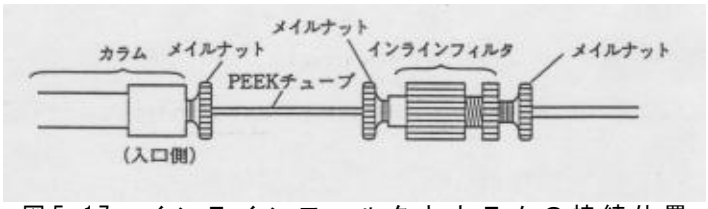


図5-17　インラインフィルタとカラムの接続位置

④ ［ポンプオン］ボタンを押し，送液する。接続部分等に液漏れがないか確認する。

⑤ 流路に液漏れがないことを確認後，ポンプをいったん止め，カラムをオーブン内に取り付ける。

⑥ 再びポンプをオンにして約30分送液（コンディショニング）する。

⑦ 30分後，**図5-11**で［終了］を押して，**図5-10**の分析画面で，ベースラインが安定しているかどうかを確認する。安定している場合は，分析に進む。安定していない場合は安定するまで移動相を流す。

エ　データディスクの準備

ウの操作でコンディショニングを行っている時間を利用して，データディスクを作成しておく。イオンアナライザのデータはすべてフロッピーディスクに保存される。

① 本体の「menuキー」を押して［ディスクユーティリティー］にタッチする。

② **図5-19**の［フォーマット］を選択する。

③ 本体にフロッピーディスクを入れる。

④ フロッピーの種類を選択し，フォーマットする。

⑤ フォーマット終了後，一度ディスクをぬき，その後もう一度ディスクを差し込む。

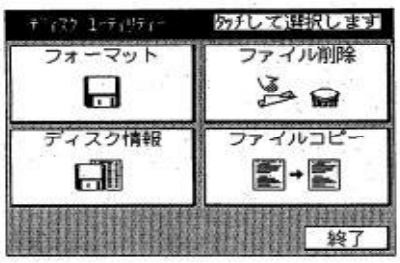


図5-19　ディスクユーティリティー

オー１　分析（分析を始める前の設定）

分析を始める前に，試料はマニュアルを参考にしてメンブランフィルターを使用するなどして前処理を行っておく。

このイオンアナライザーは，次の２種類の分析モードがある。

○ルーチン分析モード（**図5-20**）

○標準分析モード（**図5-21**）

分析条件がはっきり決まってない場合は標準分析モードで，分析条件が決まっている場合はルーチン分析モードで行う。この２つの分析モードの切り替えはオプション画面で行う。普通は標準分析モードで行う。以下は，標準分析モードを説明する。

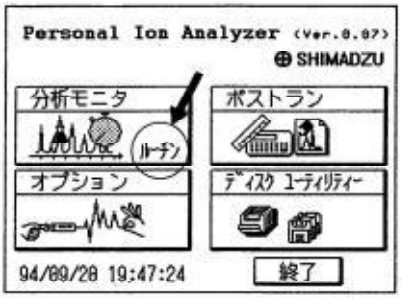


図5-20　ルーチン分析モード

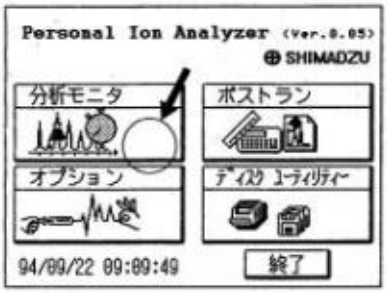


図5-21　標準分析モード

① メインメニューで分析モニタのところに「ルーチン」が表示されていないことを確認する（**図5-21**）。（ルーチン分析モードの場合「ルーチン」が表示されている（**図5-20**））

② 分析モニタにタッチする。

③ メソッドファイルの選択画面が表示される（**図5-22**）。（既に流路の洗浄等でメソッドを選択している場合表示されず，⑤画面になる。）

④ 使用するメソッドを選択する。

⑤ 分析画面になる（**図5-23**）。

⑥ 分析画面から流量・圧力・温度ボタンにタッチする。

⑦ ポンプ流量，オーブン温度，ポラリティの選択画面になるので，ポンプ流量，オーブン温度をテンキーから入力し，ポラリティ（＋，－）を選択する（**図5-24**）。

ポラリティは，陽イオンの場合－，陰イオンの場合＋に設定する。

⑧ 了解ボタンにタッチすると分析画面に戻る。

⑨ ストップタイムボタンにタッチする。

⑩ 波形処理パラメータの設定画面になる（**図5-25**）（通常は変更しなくて良い。）。

⑪ この画面の設定についてはマニュアルを参考にする。

⑫ 了解ボタンにタッチすると分析画面に戻る。

⑬ 移動相ボタンにタッチする。

⑭ ポンプオペレーションの画面になる。

⑮ 新しい移動相をセットする場合，リフィルボタンにタッチする。

⑯ セットする移動相の量（L）を問い合わせてくるので，テンキーで入力し，了解を選択する（**図5-26**）。

⑰ 新しい移動相にしてパージが必要な場合は**アー４**に従いパージを行う。

⑱ 設定が終了したら，終了ボタンを選択すると分析画面に戻る。

図5-22　メソッドファイルの選択

図5-23　分析画面

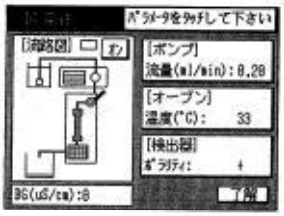


図5-24　流量等設定画面

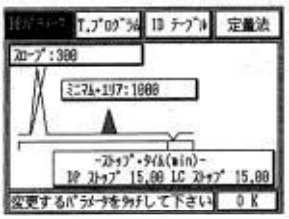


図5-25　波形処理パラメータ画面

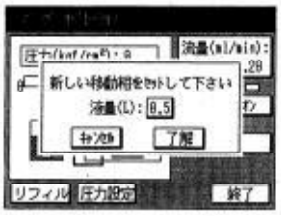


図5-26　移動相の量の入力

オー２　分析（標準試料による検量線の作成）

分析は基本的には標準試料を始めに分析して，その後未知試料を分析する。

① 分析画面で右上が「分析可能」になっていることを確認して注入ボタンにタッチする。

② 試料選択画面になるので，標準試料にタッチする（**図5-27**）。

③ 検量線作成のための条件設定画面になる（**図5-28**）。

④ １点検量か２点検量かは変更できない。変更する場合は，データ処理メニューの定量に関するパラメータ設定で行う（通常１点検量でよい）。

⑤ 標準試料を何回打って平均をとるかを設定する。平均回数をテンキーから入力する。

⑥ 了解ボタンを選択すると，標準試料の注入条件を設定する画面になる（**図5-29**）。

⑦ 注入量にタッチし，入力する。

⑧ データファイル名を変更したい場合は，データファイル名にタッチし，入力する。データファイル名は，何も設定しない場合は次のように日付のファイル名となり，日付後のアルファベット（Ｓ，Ｕ，Ｃ）で資料の種類が表され，数値で，ビン席回数が示されるようになっている。

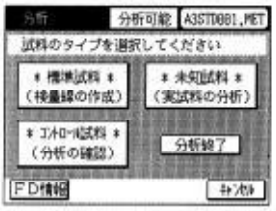


図5-27　試料選択画面

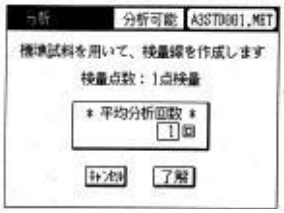


図5-28　条件設定画面

図5-29　注入条件設定画面

０８０１２４Ｓ０．Ｄ０１
分析日　　分析回数
Ｓ…標準試料
Ｕ…未知試料
Ｃ…コントロール試料

以上の設定後，了解ボタンを押すと装置はオーブン温度とベースラインが安定しているかどうかを自動チェックする。

⑨　いずれも安定な状態であれば，**図5-30**の画面になる。

⑩　標準試料をディスポーザブルシリンジ（１mL）に約0.1mL取り，注入口に差し込む。バルブをロード方向に回転させ，約0.1mL　注入してインジェクション方向に回転させると自動的に分析が開始される。注入口には5.0μLのループが組まれているので，注入量が5.0μL以上であれば，量によらず5.0μLの定量が流れる様になっている（**図5-31**）。

⑪　分析が終了すると**図5-32**のメッセージが出る。

⑫　標準試料を分析していた場合，このデータで検量線を作成するので，了解を選択すると**図5-34**のようなピークレポートが表示される。

⑬　各ピークの同定が正しく行われているか，波形処理が正しく行われているかを確認する。

⑭　確認後終了ボタンを選択すると，「この分析データを検量線作成データとして採用しますか」と聞いてくるから，はいを選択する。

⑮　⑤で設定した検量線作成のための平均回数の分析を終了すると，検量線作成のための計算が自動的に行われ，分析条件レポートと共に検量線レポートが出力される。

図5-30　注入前の画面

図5-31　分析中画面

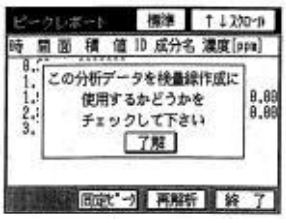


図5-32　検量線作成承認

図5-33　ピークレポート

オー３　分析（未知試料の分析）

未知試料はマニュアルを参考にしてメンブランフィルターを使用するなどして前処理を行っておく。

①　分析画面で注入ボタンを選択する。

②　試料のタイプを設定する画面になるので，未知試料を選択する。

③　注入量，データファイル名を**オー２**に従って設定する。

④　バイアルID番号は，標準試料と変えた場合がよいときは変更する。

⑤　了解ボタンを選択する。

⑥　未知試料をディスポーザブルシリンジ（１mL）に約0.1mL取り，注入口に差し込む。バルブをロード方向に回転させ，約0.1mL注入してインジェクション方向に回転させると自動的に分析が開始される。

⑦　分析が終了したら，自動的に検量線を利用して未知試料の同定，濃度決定してレポートが出力される。

カ　システムのシャットダウン

オーブンの温度が下がるまで，流量を下げて移動相を流し続ける必要がある。

① 分析画面で注入ボタンを押す。

② 試料のタイプを設定する画面になるので，分析終了を選択する。

③ 装置の立ち下げを行うかどうかが聞かれるので，はいを選択する。

④ 「立ち下げ画面」が表示される（**図5-34**）。

⑤ 立ち下げ流量は分析流量の半分以下に設定する。初期値は0.05mL/minである。

⑥ オーブン温度を設定する。offに設定する場合は数値キーで「０」を入力する。

⑦ 立ち下げ時間を設定する（初期値は30～60分）。分析時のオーブンの温度によって設定する。

⑧ 立ち下げ終了後に液晶ディスプレーをoffにするためにはオートシャットダウンのするを選択する。

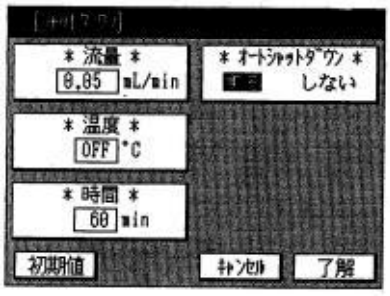


図5-34　立ち下げ画面

⑨ 了解を設定するとシャットダウンが実行される。早く冷やすためにオーブンを解放しておく。

⑩ 設定した時間後に画面が消えるので，その後電源をoffにする。この状態では，カラムを洗った状態である。２～３日後に同じカラムで分析する場合，このままで良いが，それ以上日が空く場合は，次の操作を行いカラムを外して保存し，装置全体を洗っておく。

キ　カラムと装置の事後処理

システムをシャットダウンした後，装置をしばらく使用しない場合や，カラムを交換する場合，カラムを取り外す必要がある。

① **カ**の操作後，カラムをはずして，部品Ａ（カップリング）と交換する（**図5-18**）。カラムの両端はカップリングに付いていたふたをしっかり閉めておく。

② 移動相を水に変えて**アー１**から**アー５**の操作を行い，流路を水で洗う。流路全体の洗浄時の流量は0.3mL/min，時間は15～20分とする。

③ 移動相を70%エタノール水溶液に変えて**アー１**から**アー５**の操作を行い，流路を洗う。流路全体の洗浄時の流量は0.3mL/min，時間は15～20分とする。

④ これで流路の洗浄が終了するので，スイッチをoffにする。

【注】普段のメンテナンス

○ カラムを付けていない常態で，１ヶ月に１度程度，70%エタノール水溶液を用いて，ポンプオペレーション画面でポンプオンにして流路全体を洗う（15～20分程度）。

○ 緩衝液を使った場合は，水でしっかりと流路を洗浄した後使用し，使用後も水でしっかりと洗浄する。

６　フーリエ変換赤外分光光度計　FT-IR-4000

(1) 機能

試料に照射した赤外光が透過あるいは反射した光の各波長における強度分布を分析し，吸収がみられる波数を調べることによって試料の構造推定を行う。

試料の構造（「こんな結合や物質があるのでは」等）の検証などに用いる。

図6-1　FT-IR関係機器

(2) 使用方法：ＡＴＲ法（Attenuated Total Reflection(全反射測定法)）の場合

※　他にＫＢr錠剤法，拡散反射法，透過法も可能である。

ア　機器の立ち上げとＡＴＲのセット

①　POWERスイッチで，FT-IR本体の電源を入れる。本体が安定化するまで約30分ほど待つ（**図6-2**）。

※　RESUMEが消えていたら，RESUMEスイッチ（本体背面）をONにして５～10分後にPOWERスイッチをONにする。

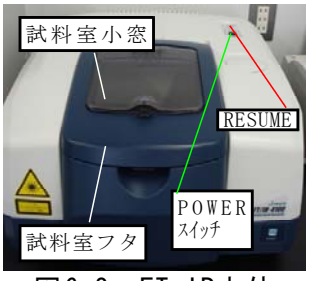
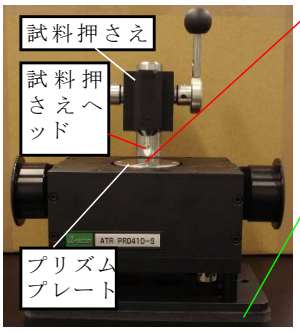


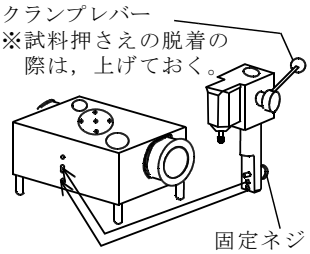
図6-2　FT-IR本体

②　ピーピーピーと初期化完了音がしたら，コンピュータ及びディスプレイの電源を入れる。



プリズム（ZnSe使用）
※強酸・強アリカリは不可。
※硬い試料を押しつけると破損する場合がある。
※衝撃を与えない。
※底面に本体と接続する端子があるので，本体以外の場所に置く際は，中抜きのゴムシートの上に置く。

図6-3　ＡＴＲ



③　「**ウ　ＡＴＲへの試料のセット**」を参照し，試料をセットできる状態にしたＡＴＲを，本体試料室にセットし（ピッと音がする）光路ガイドパイプを試料室側壁まで伸ばす（**図6-3・6-4**）。

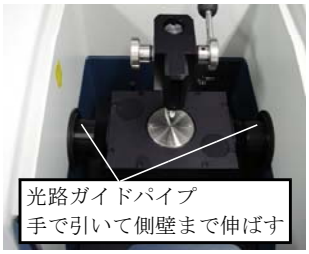


図6-4　ATRのセット

イ　バックグラウンド測定

プリズム表面に何もない状態でバックグラウンドスペクトルを測定する。

※　これと試料のスペクトルとから試料固有のスペクトルを得る。

①　スペクトルマネージャーの立ち上げ

「FTIR-4100アイコン」，「スペクトル測定」の順にダブルクリックする（**図6-5**）。

図6-5　スペクトルマネージャーの立ち上げ

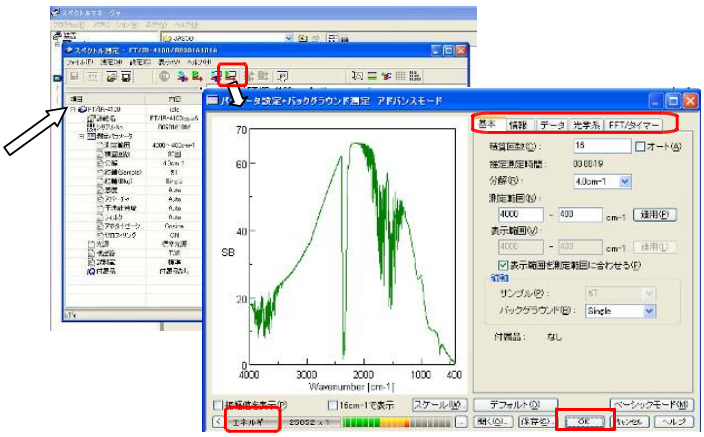


図6-6　測定パラメータの設定（BKG）

② 測定パラメータの設定

メニューアイコンから （パラメーター+BKG）をクリックして現れる画面でパラメータを設定する（**図6-6**）。

基　本－積算回数：16を入力（ノイズが入るので，通常16回の測定）

分 解 能：4.0cm^{-1}(カイザ)を選択（ほとんどの試料はこの分解能で十分）

測定範囲：4000～400cm^{-1}を入力（7800～50cm^{-1}は測定可能だが，吸収が多いのは1300～650cm^{-1}なので，通常は4000～400cm^{-1}）

表示範囲：‘表示範囲を測定範囲に合わせる’をチェック

縦　　軸：バックグラウンド：Singleを選択

情　報－‘試料名’‘オペレータ’‘所属’‘コメント’を入力

データーデータの種類：SB（バックグラウンド）を選択

オートセーブ：オートセーブを使用する：チェックしない

転　　送：‘スペクトル解析へデータを転送する’をチェック

印　　刷：測定データを印刷する：チェックしない

光学系－光源：標準光源　／　検出器：ＴＧＳ　／　試料室：標準　を選択

感度，アパーチャ径，干渉計速度，フィルター：全てAutoを選択

FFT/ﾀｲﾏｰーアポダイゼーション関数：Cosineを選択

ゼロフィリング：チェックする　／　位相補正：Mertzを選択

位相補正フィルター：Autoを選択　／　タイマーを使用する：チェックしない

※　「エネルギー」が通常値7200×4（ATR装着時）から大きくずれている場合は，オートアライメントを行う。（取扱説明書を参照）

③ バックグラウンド測定

OK をクリックすると，バックグラウンド測定が開始される。

ウ　ATRへの試料のセット

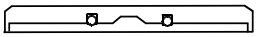


図6-7　揮発防止カバー

○　液体試料（試料押さえは取り外しておく。）

液体試料を直接プリズム測定面上にたらす。

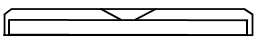
※　揮発性の高い試料では，揮発防止カバーをかぶせる（**図6-7**）。

○　固体試料

試料をプリズム上に置き，クランプレバーを下げてプリズムに密着させる。

○　粉末試料

テーパーガイドをプリズムプレートの上に置き，粉体試料を中心部に入れ，クランプレバーを下げ，試料を密着させる（**図6-8**）。



※プリズム中心に向かってすり鉢状になっている。

図6-8　テーパーガイド

試料押さえ部が下がった後，内蔵されているスプリングを用いて試料押さえヘッドを試料に押しつける２段階の動作をする。試料押さえヘッドが試料に密着しスプリングが完全に縮んだ状態よりさらにクランプを押さえてはいけない。

エ　サンプル測定と片付け

① 測定したい試料をATRにセットし（「**ウ**　ＡＴＲへの試料のセット」を参照），タスクバーの［スペクトル測定］をクリックし， （パラメーター＋サンプル）をクリックし，パラメータ（次のもの以外は**イ**②と同じ）を設定して OK をクリックすると，サンプル測定が開始される。

基　本－縦軸：サンプル：%Tを選択　／　データーデータの種類：%T,Abs,%R,Intを選択

(%T(transmittance)透過率,Abs(absorbance)吸光度,%R(reflectance)反射率,Int(Integer)整数)

○　特定のピークが著しく大きく，他のピークが確認できないような場合は，パラメータの測定範囲を変更し，測定し直す。

※例　500～400cm^{-1}に著しいピークがある場合は測定範囲を4000～600cm^{-1}にする。

○　ピークが小さい場合は，できるだけ速やかに再積算を行う。

［測定］→［サンプル再積算］で［追加積算回数］を16の倍数で入力し OK をクリック

○　測定が終了すると「スペクトル解析」プログラムが起動し，測定したスペクトルがウインドウに表示される（**図6-9**）。スペクトルの保存は，このプログラムの中で行う。

※　既にスペクトル解析プログラムが実行されている場合は前面に現れない。このときは，タスクバーの［スペクトル解析］をクリックする。

※　［測定パラメータ］→［データ］で，［スペクトル解析へデータを転送する］が未チェックならデータは転送されない。転送する場合は，［スペクトル測定のファイル］→［解析へ転送する］を選択する。

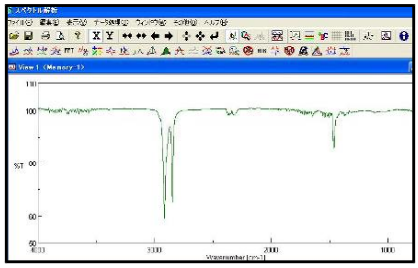


図6-9　スペクトル

②　試料をプリズムから取り除き，柔らかい紙などで軽く押し当てるようにして試料を完全に取り除く。洗浄が不完全な場合は，水・エタノール・アセトンなどで洗浄する。揮発したガスが本体内に残る場合は，光路ガイドパイプ側からブロワーで光学系内を換気する。

オ　データ解析１「スペクトルのピーク検出」

①　スペクトルの補正

［データ処理］のプルダウンメニューの一覧，または，ツールバーのアイコンを使って，次のとおり行う。（詳細は取扱説明書を参照）（**図6-10・6-11**）

［IRオプション］→［ATR補正］－ OK ／［CO2減算］－ OK

［自動ベースライン補正］－ OK ／［水蒸気減算］－ OK

［補正］→［スムージング］－ OK

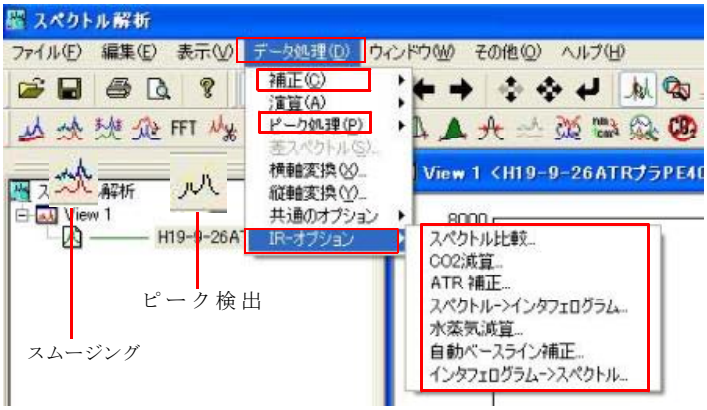


図6-10　スペクトルの補正１

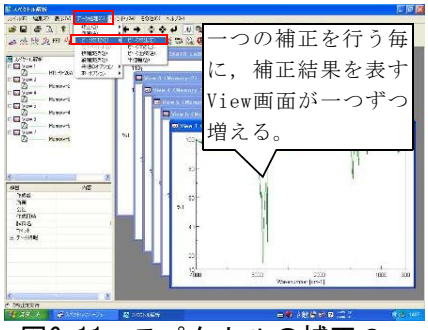


図6-11　スペクトルの補正２

②　スペクトルのピーク検出（**図6-12・6-13**）

［データ処理］→［ピーク処理］→［ピーク検出］で検出条件を調整し，適用 をクリックするとピークが検出される（ピーク上に短いバーが現れ，画面左の表に値が示される）。調整，適用を繰り返し，ピークが10個程度検出されるようにして OK をクリックすると，ピーク

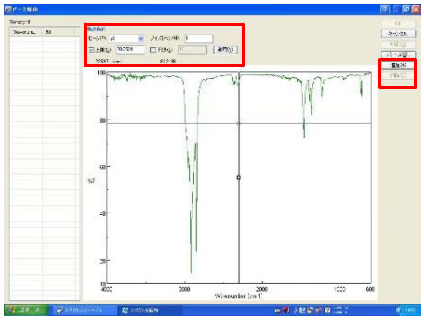


図6-12　ピーク検出１

の検出結果がスペクトルのメモリに書き込まれる。

○ピーク

検出する［山］［谷］［山/谷］を選択

○ノイズレベル

指定した値（ピークの始まりから頂上(または谷)までの差）以下のピークはノイズと見なす。（単位は縦軸と同じ）

○上限・下限

この間のピークのみ検出対象とする。上限・下限設定バーをドラッグして設定することもできる。

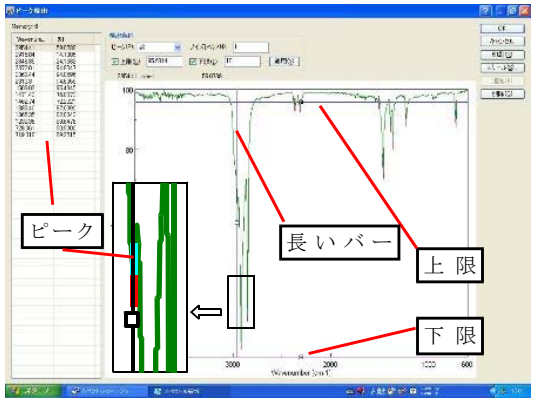


図6-13　ピーク検出２

○ピークの削除

不適切なピークが検出されていれば，そのピークを示す短いバー上でクリックし，削除をクリックする。

○ピークの追加

新たにピークを設定する場合は，長いバーを追加するピーク位置にドラッグし，追加をクリックする。

③　ピーク検出結果の表示・印刷・保存

○表示形式の選択

［表示］→［ピーク表示］のメニューによる。

非表示：ピークは表示されない。

バー：短いバー（水色・赤色縦線）

データ番号：ピークに割り振られた番号

横軸：ピークの横軸上の値

縦軸：ピークの縦軸上の値

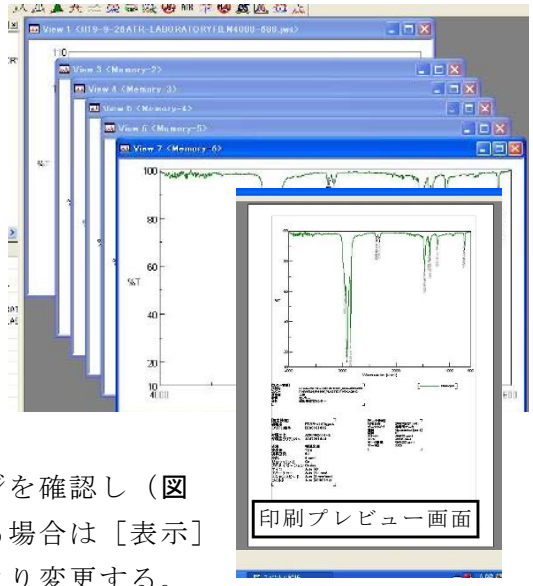


図6-14　印刷プレビュー

○印刷イメージの表示と印刷

［ファイル］→［印刷プレビュー］でイメージを確認し（**図6-14**），印刷をクリックする。表示を変更する場合は［表示］メニュー中の［フォント］など各種メニューにより変更する。

④　ピーク検出結果の保存

［ファイル］メニュー中の該当メニューにより，データを保存する。

FT-IRは，試料のスペクトルデータを得，ピークの検出を行うものである。こうして得られたデータと文献等の資料とを照合することにより，試料の構造推定などを行う。
本機には約１万件のデータベースが収録されており，それとの照合ができる。

カ　データ解析２「Know It All（データベース解析）」

測定して得られたスペクトルを用いて，コンピュータにあるデータベース（約１万件）と照合し，試料の構造等を推定する。

①　解析プログラムの起動とスペクトルの読込

「スペクトルマネージャー」の「スペクトル解析」を起動し対象のファイルを読み込む。

②　Know It All の実行

［データ処理］→［共通のオプション］→［KnowItAllの実行］，または， をクリックする。

○［Bio-Radからライセンスキーを受領していますか］で，いいえ を選択
○［ライセンスキーを取得…済みですか。］で，いいえ を選択
○‘注意事項’を記した画面で 閉じる をクリック
※　SearchItという画面が現れない場合は，プログラムを全て閉じ，①からやり直す。

③　ピーク処理（図6-15）

○　スペクトル処理 （画面右下）をクリック
○　［ＡＴＲ補正］［ベースライン補正］［スムージング］を行う。
○　ピークが10個程度になるようにする。
※ピークを削除する場合
十字カーソルを当該ピークに重ね， をクリックする。
※ピークを追加する場合
をクリックし［ピークピック］の［最大強度幅に対するパーセント値］［全体に対するしきい値］の数値を修正し，プレビュー で確かめて 実行 ，閉じる をクリックする。

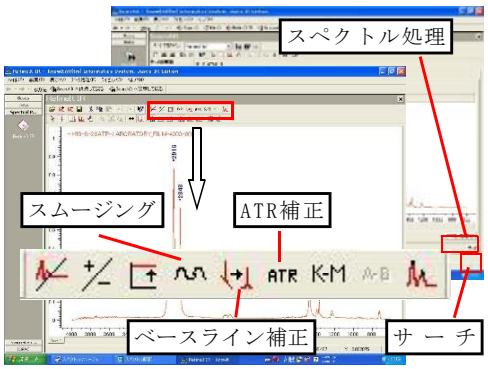


図6-15　ピーク処理

④　SearchItへ保持して戻る をクリック
⑤　サーチ （画面右下）をクリック
※　照合が終わると適合度の高い順にデータベースのデータが表示される（図6-16）。
※　ＨＱＩ（適合度）の値による判断基準
900～ 1000　まず間違いない
800～ 899　当たらずも遠からず
700～ 799　同じようなもの
600～ 699　似てるが，違うだろう
○　表示されるデータベースのデータが全て‘ID番号****’となっていたら，⇐ をクリックし，［サーチパラメーター］の［データベース］をクリックし，［ヒット数の上限］の値を増やす。
○　表示されるデータベースのデータで，ID番号などが表示されるものがでてきたら，そのレコードをクリックすると，各種データが表示される（図6-17）。
○　ツールバーの［送り先］で［DrawIt］や［AnalyzeIt］をクリックすると，さらに詳細なデータが表示されたり，新たな作業ができたりする。

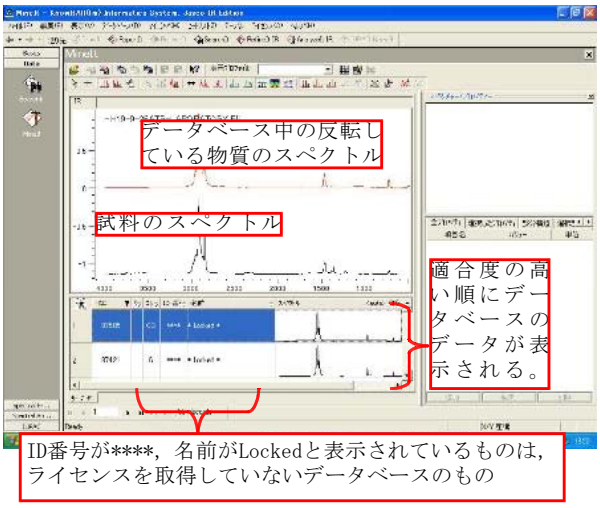


図6-16　サーチ

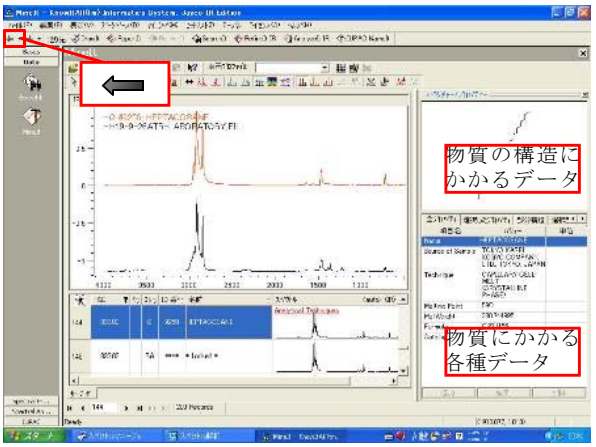


図6-17　データベースのデータ表示

キ　測定・解析の終了

①　KnowItAll，スペクトル解析画面を閉じ，スペクトルマネージャーを閉じる。
②　装置本体，パソコン，プリンターの電源を切る。
③　測定に使用したセル等の片付けやデシケータへの保管など，確認する。

7　紫外可視分光光度計　UV1700

(1) 機能

分光光度計は、光源から出た光を波長ごとに分け，分けた光を試料に当てて光の弱くなる程度（吸光度，透過率）を測定する装置である。UV1700では，試料に紫外～可視の波長の光（1100～190nm）を当てることで，試料特有のスペクトルの吸光度を測定したり，あらかじめ濃度の分かっている標準試料を用いて，濃度と吸光度の関係を示す「検量線」を自動で作成し，それを基に試料の濃度を求めることができる。

図7-1　分光光度計UV1700

(2) 使用方法

ア　準備

紫外可視分光光度計の本体左横にある電源を入れ，パソコン上のソフト「UVProbe」を起動する。本体のモニターは使わない。「UVProbe」を用いて，次の３つのモードで測定を行うことができる。

- **スペクトラムモード**　…　決められた範囲のスペクトルの吸光度，透過率を測定する。
- **フォトメトリックモード**　…　一つの波長について（固定波長で），複数の試料の吸光度，透過率を測定する。濃度の数値による比較。
- **カイネティクスモード**　…　一つの波長について（固定波長で），一つの試料の吸光度，透過率を一定時間間隔で測定する。試料を試料室に入れたままセル内で起こる反応を追う。

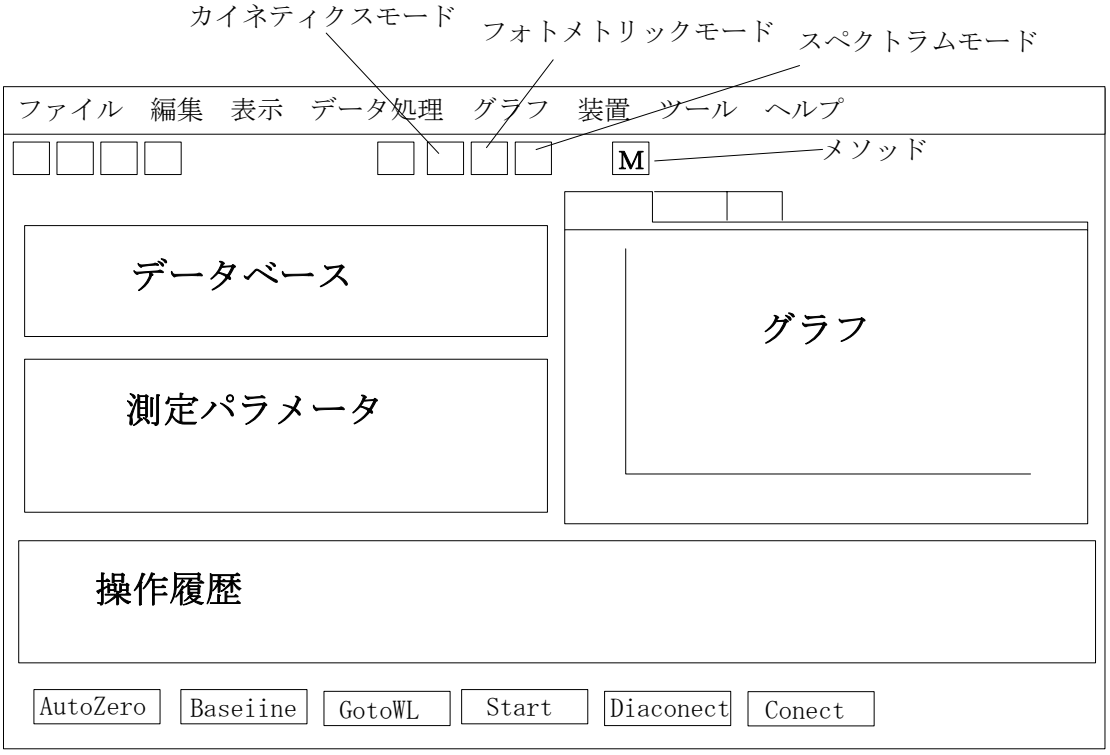


図7-2　UVProbeの画面の一部

イ　スペクトラムモードでの測定

① スペクトラムモードボタンを押し，スペクトラムモードにする。

② 画面下の Conect ボタンを押し，コンピュータに機器を認識させる。**図7-3**のウインドウが立ち上がり自動で初期チェックを行い，全て緑ランプになり，正常が確認できたら OK を押す。チェックには５分くらいかかる。

③ 測定パラメータの設定を行う。

メソッドボタンを押し，スペクトル測定メソッドウィンドウで以下のように設定を行う。設定が済めば，OK を押し，スペクトル設定メソッドを終了する。

図7-3　初期チェックウインドウ

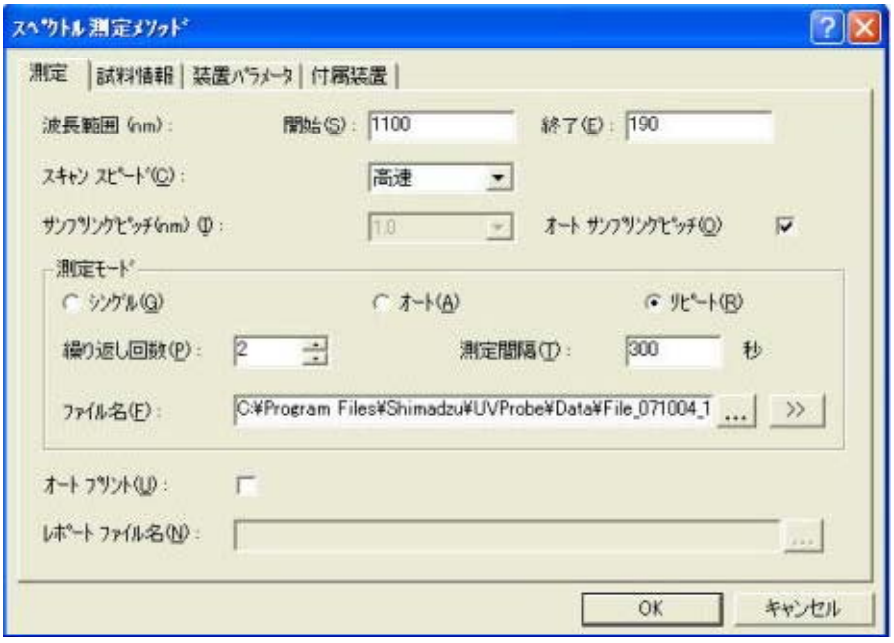


図7-4　スペクトル測定メソッドのウインドウ

測定

・測定波長の範囲を決める　例）1100～190

・スキャンスピードは，高速または中速を選択

・オートサンプリングピッチはチェック（✔）を入れておく。

・測定モード

シングル　１回のみの測定を行う。

オート　あらかじめファイル名を入力しておくと，自動で，測定ごとに番号をファイル名に付加しデータを保存する。

リピート　繰り返しの測定を行う。繰り返しの回数，間隔を指定する。

試料情報

・試料に関する情報を書き込んでおくと，表示に反映される。

測定パラメータ

・測光値の種類　　透過率か吸光度かを選ぶ。

・光源の切替え波長の設定

初期値として340nmに設定しているが，切替え波長に観測ポイントがある場合は変更す

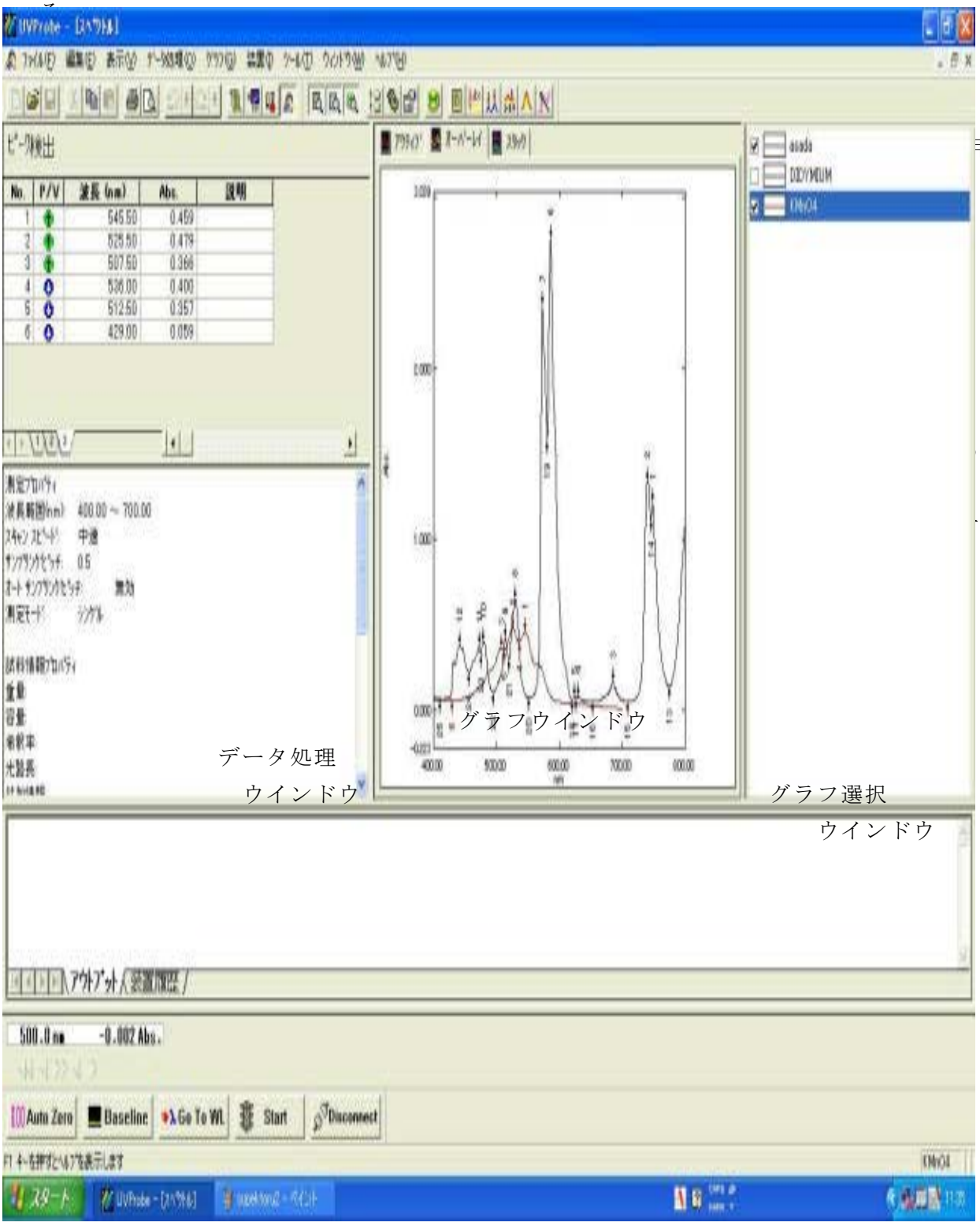


図7-6　測定後の画面

アクティブ　　複数回測定したとき，右のウインドウで選択した１本のグラフを表示
オーバーレイ　複数回測定したとき全てのグラフを重ねて表示
スタック　　複数回測定したとき，重ねずに分けて全てを表示

⑥　トップメニューの［データ処理］ →［ピークの検出］ で，グラフのピークを検出し，

データ処理ウインドウに表として表示される。ウインドウ上で，右クリック，プロパティで，表示範囲や閾値等の変更ができる。

ウ　印　刷

データ処理ウインドウ上で右クリック，印刷 を選択すれば，グラフエリア，データ処理エリア，測定プロパティ等が印刷される。（**図7-7**）グラフウインドウ上で右クリック，印刷 を選択すれば，グラフエリアのみが印刷される。

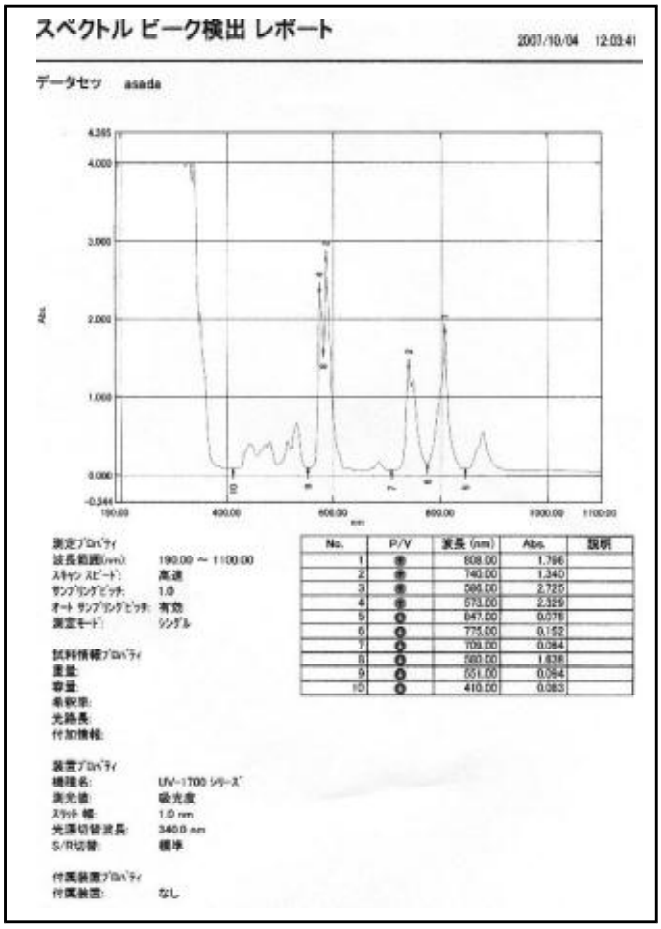


図7-7　印刷例

エ　保　存

［ファイル］→［名前を付けて保存］→［スペクトルファイル形式で保存する］を選択すると，スペクトルのグラフ情報が保存される。

オ　終　了

［ファイル］→［終了］を選択し，「UV Probe」を終了する。

その後，パソコンの電源を切り，紫外可視分光光度計の本体の電源を切る。その際，試料室にセルが入っていないことを確認しておくこと。

使用するセルの特徴と取り扱い

・ガラスセル（記号 G）

320nm以下の光は通さない。

・石英セル（記号 S）

全波長の光が通過

＊手で持つときは，磨りガラス部分をもつ。

＊試料は８～９分目まで入れること。

図7-8　石英セル

カ　フォトメトリックモードでの測定

①　フォトメトリックモードボタンを押す。→測定メソッドボタンを押す。→フォトメトリック測定ウイザード（**図7-9**）が立ち上がる。ウイザードに従って，測定する波長を登録する（複数でもよい）。→検量線の設定をする（多点，固定波長，減点通過等）。→データの取得方法で，装置を選ぶ。→保存するファイルの場所とファイル名を決め，完了する。その後，フォトメトリック測定メソッドが立ち上がり，設定の変更やさらに細かな設定ができる。フォトメトリック測定メソッドを閉じて，測定画面に戻り，測定を行う（**図7-10**）。

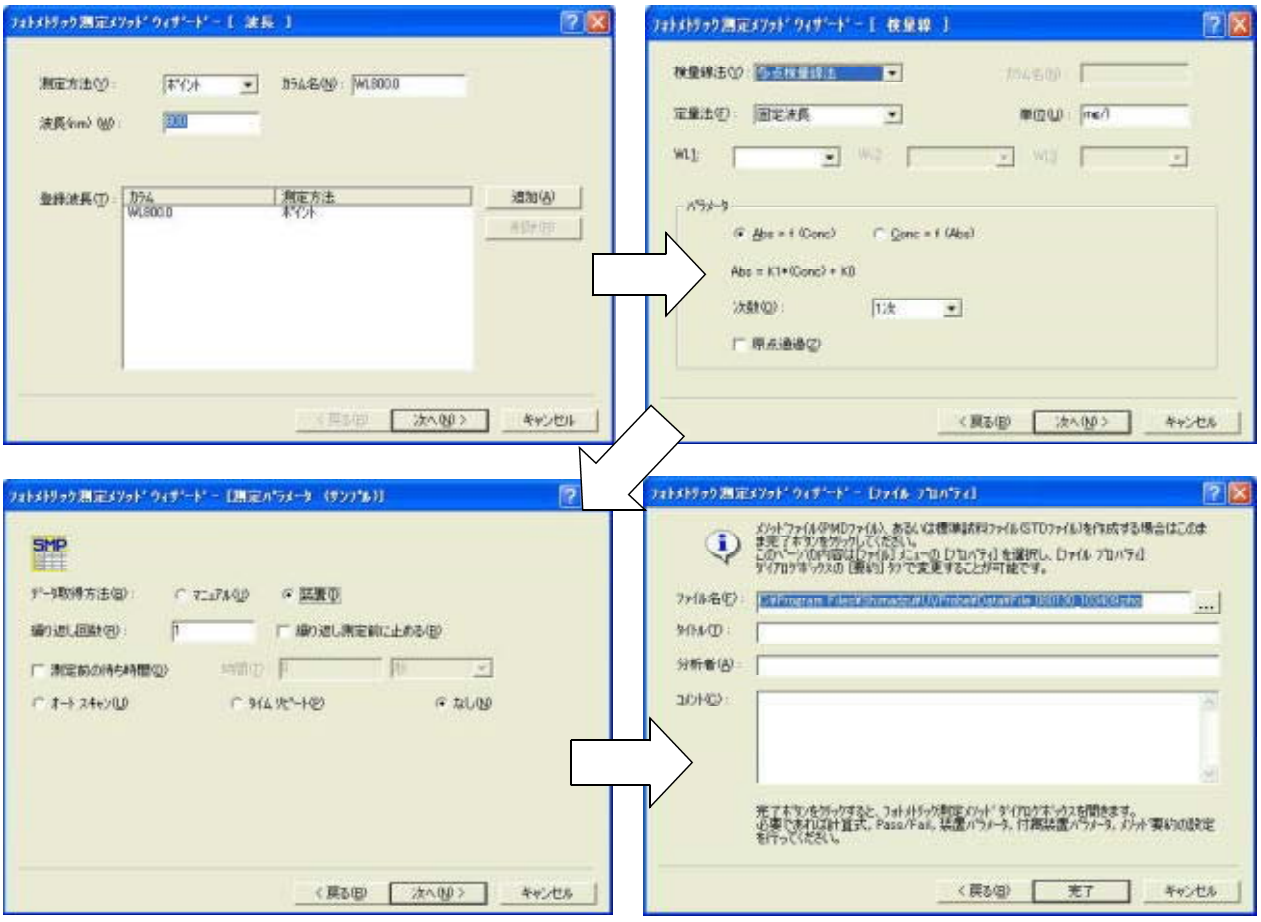


図7-9　フォトメトリック測定ウイザード

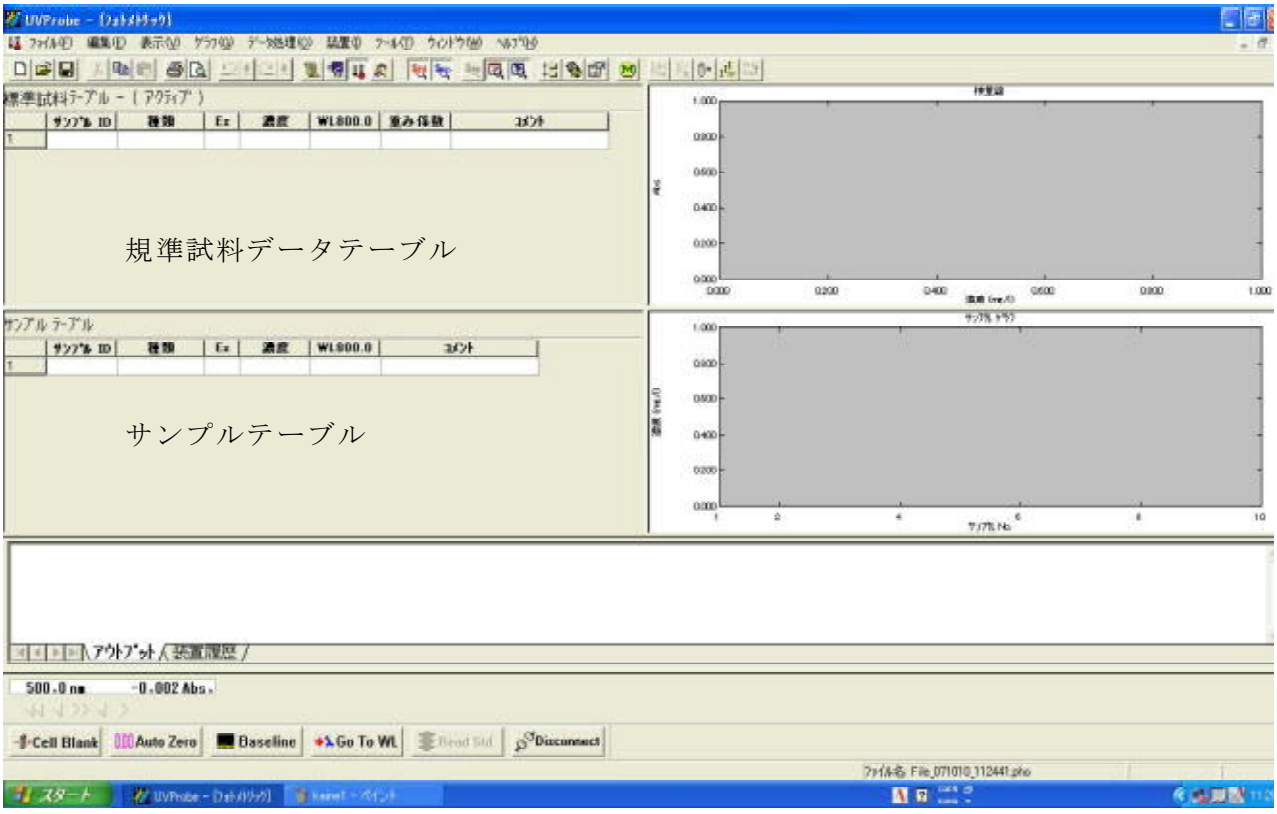


図7-10　フォトメトリックモードでのウィンドウ

② データ処理ウインドウ標準試料テーブルにサンプルIDをクリックして，標準の液の情報を入力し，測定する（**図7-11**）。標準液が複数ある場合は，２，３に同様に入力する。測定後検量線が表示される。

③ サンプルテーブルに測定したい液のIDを入力し，サンプルの試料を測定する。

④ 測定データを保存する。

［ファイル］→［名前を付けて保存］→［フォトメトリックファイル形式で保存する］を選択すると，データ，検量線等全てが保存できる。

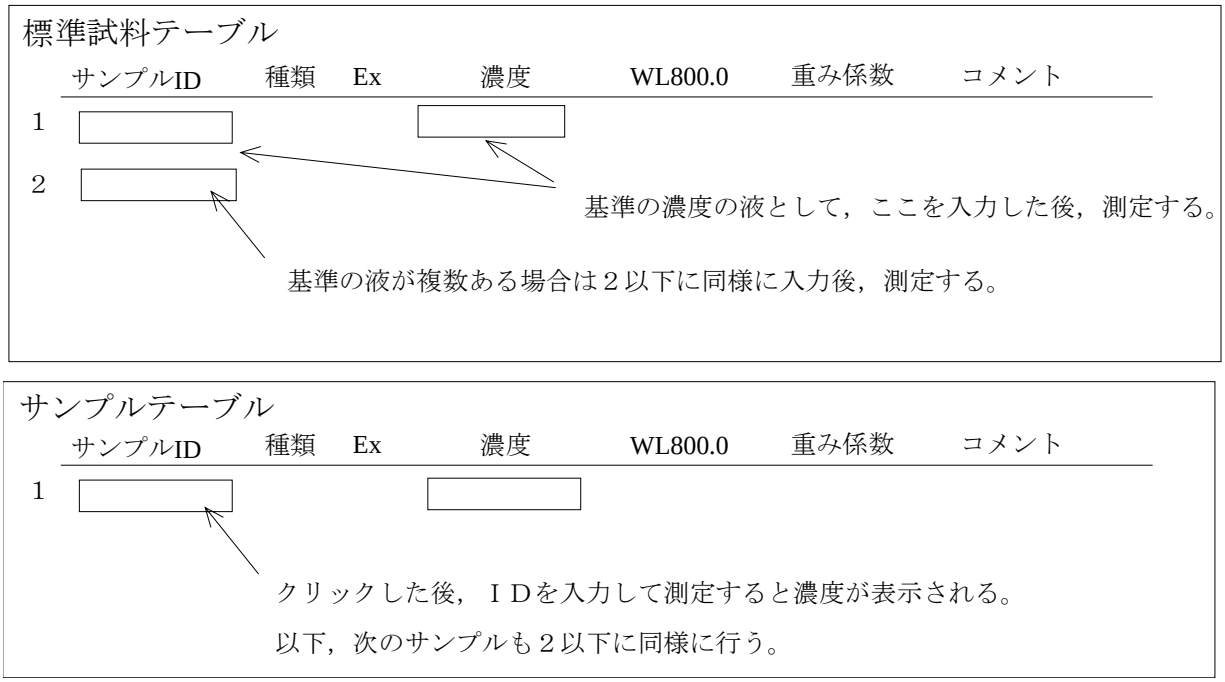


図7-11　標準試料データテーブル，サンプルテーブル

8　電気泳動装置　TE-3型

(1) 機能

支持体が持つ分子ふるい効果のため,分子量の差異による物質の分離を行うことができる。

(2) 使用方法

図8-1　電源部前面

ア　取り扱い上の注意

① 本装置は高電圧がかかっている。接続端子，泳動槽内を操作する時，または触れる時は電圧計，電流計が「０」を示していることを確かめる。またはメインスイッチを必ず切ること（図8-1)。

② 濡れた手で操作することは厳禁である。

イ　装置の組立および作動確認

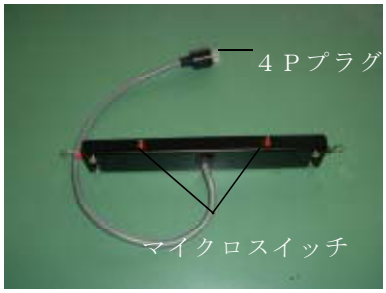


図8-2　安全装置

① 泳動槽の端子に，安全装置を取り付ける（図8-2)。(泳動槽の陽極に安全装置の陽極，槽の陰極に安全装置の陰極をあわせる)。

② 安全装置の４Ｐプラグを，電源後面の４Ｐソケットに差し込む。

※　２台の泳動槽を使う時，２台めの泳動槽と電源後面の赤端子，黒端子を，赤色，黒色リード線（別売。各1.5m，先端はバナナチップ等）で極性をあわせて接続する。

※　安全装置を使用しないで泳動する場合は，泳動槽を電源後面の赤端子，黒端子に接続し，特注４Ｐプラグ（別売）を４Ｐソケットに差し込む。

③ メインスイッチをOFFにし，出力調整つまみを反時計回りにいっぱいまで回す。

④ 電源コードをAC100Vに差し込み，メインスイッチをONにする（パイロットランプが点灯する)。

⑤ マイクロスイッチ（安全装置上部の赤い２つのスイッチ）が入るよう，泳動槽にガラス板でふたをする。

⑥ 出力調整つまみ（電源部前面中央）を操作して，電圧が上がるのを確認する。

⑦ 出力調整つまみを反時計回りに回して，電圧を０Ｖにする。

※　いったん上がった電圧が０Ｖになるまでに，しばらく時間がかかる。

⑧ メインスイッチをOFFにする。

ウ　セルロース・アセテート膜電気泳動操作手順（試料は血清タンパク質とする）

① 試薬類の調整・準備

(ｱ) ベロナール緩衝液（pH8.6）の調整

ベロナールナトリウム10.3g，ベロナール1.84g，トリス塩酸9.7gを蒸留水１Lより少なめに溶かし，１N塩酸でpHを調整し，最後に全量を１Lにする（必要なのはこの内500mL)。

(ｲ) ポンソー液（染色液）の調整

ポンソー３Ｒ（赤色502号）0.8g，三塩化酢酸6.0gを蒸留水で溶かし，100mLにする。

(ｳ) 脱色槽の準備

１％酢酸水溶液を500mL調整し，これを約100mLずつ入れた容器を脱色槽とし，これを四つ用意する。

(ｴ) ろ紙の準備

ブリッジ用ろ紙(100×70mm)２枚，吸い取り用ろ紙(300×300mmを四つ折り)３枚を準備する。

(ｵ) 試料の着色

微量のBPB（ブロモフェノールブルー）溶液を，試料に加えて青色にする。

② 電気泳動

(ｱ) 緩衝液を200mLずつ，泳動槽の両電極槽（左右の電極槽に赤い200mL標線がある）に入れる（**図8-3**）。

(ｲ) 緩衝液100mLをバットに入れ，前処置用緩衝液とする。

(ｳ) 下部支持体押さえ板（**図8-4**：アクリル製，両端に切れ込みあり。以下，「下部支持板」とする）２枚を，泳動槽のセルロース・アセテート膜用標線（手前と奥のそれぞれ中央付近に，赤線が２本ずつある）の位置に，平行になるようそろえる（**図8-3**）。

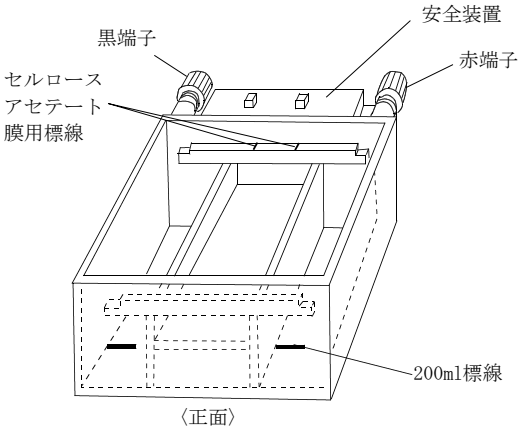


図8-3　泳動槽

(ｴ) ブリッジ用ろ紙を電極槽の緩衝液で十分湿らせ，気泡が入らないよう注意して下部支持板にそろえて貼る。

(ｵ) セルロース・アセテート膜（以下「セア膜」という。）に鉛筆またはボールペンで試料塗布の位置に印を付け，ここを原点とする。

※　セア膜の種類により原点が違う。Selectorの場合，陰極側から支持板の間隔の約1/3の所になる。

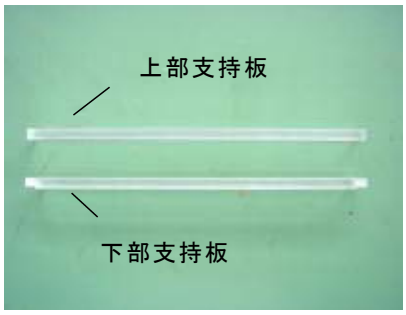


図8-4　支持体押さえ板

(ｶ) セア膜を前処置用緩衝液にしばらく浮かせ，緩衝液が膜に一様に染み込んでから液中に浸す。

(ｷ) セア膜を取り出して，吸い取り用ろ紙の１枚を使ってセア膜を押さえ，余分な緩衝液を吸い取る。

(ｸ) 泳動槽の下部支持板のブリッジ用ろ紙上にセア膜をのせ，上部支持板を静かにのせる（**図8-5**：セア膜は緊張状態）。

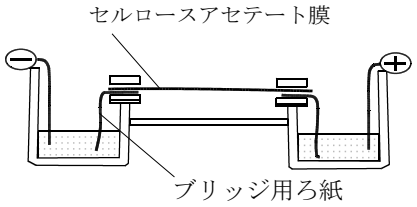


図8-5　支持体設置法①

(ｹ) セア膜の原点に試料を，マイクロピペットでできるだけ細く塗布する。

(ｺ) 試料塗布後速やかに，泳動槽にガラスふたをする。

(ｻ) メインスイッチをONにし，出力調整つまみを操作して通電する。

※　通電量は，セア膜１cmあたり0.6～0.8mAとする。

※　通電条件（電圧，電流）および泳動開始時刻を記録する。

(ｼ) BPBが移動するので，その位置が支持板にかかる前に通電をやめる。

※　出力調整つまみを操作して電圧を０Vにし，メインスイッチをOFFにし，ガラスふたをはずす。

※　泳動終了時刻および泳動時間を記録する。

③ 泳動分画帯の染色

(ｱ) ポンソー液に泳動後のセア膜をしばらく浮かせ，液が膜に一様に染み込んでから液中に浸し，１分30秒～３分間染色する。

(ｲ) 四つの脱色槽に，染色したセア膜を約２分ずつ浸して，順に移していく。

※　脱色液が着色しなくなるまで，脱色操作を行う。

(ｳ) 脱色が終わったら，もう１枚の吸い取り用ろ紙を用いて余分の脱色液を除く。この後，残りの吸い取り用ろ紙に挟んで軽く押さえて乾かす。

エ　ろ紙電気泳動操作手順（試料は血清タンパク質とする）

①　試薬類の調整・準備

(ｱ) 緩衝液（pH8.6）の調整

ベロナールナトリウム5.15g，ベロナール0.92gを蒸留水で全量を500mLにする。

(ｲ) 染色液の調整

アミドブラック10Ｂ0.2g，メタノール90mL，氷酢酸10mLをよく混合する。

(ｳ) 脱色槽の準備

２％酢酸水溶液を600mL調整し，これを約150mLずつ入れた容器を脱色槽とし，これを四つ用意する。

(ｴ) ろ紙の準備

電気泳動用ろ紙（NO.51B，100×250mm）と前処置用ろ紙（NO.2，300×300mm)を準備する。

(ｵ) 試料の着色

微量のBPBで試料を青色にする。

②　電気泳動

(ｱ) 泳動層の両電極層に各200mLの緩衝液を入れる。

(ｲ) 緩衝液100mLをバットに入れ，前処置用緩衝液とする。

(ｳ) 下部支持板２枚を，泳動槽のろ紙の位置（各末端にある段差）に，平行になるようそろえる。

(ｴ) 電気泳動用ろ紙を前処置用緩衝液で均一に湿らせる。

※　ろ紙の種類を記録する。

(ｵ) 前処置用ろ紙を用いて，電気泳動用ろ紙の表面の余分な緩衝液だけを吸い取る（水分不足にならないように注意する)。

(ｶ) 両支持板に電気泳動用ろ紙を左右対称に掛け渡し，引っ張った状態にして上部支持板を置く（**図8-6**)。

(ｷ) 試料2.5μＬをマイクロピペットを用いて原点（陰極側から30mmの位置）に15mm程度の帯状になるべく細く塗布する。

(ｸ) 試料塗布後速やかに，泳動槽にガラスふたをする。

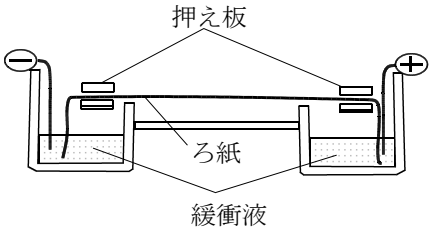


図8-6　支持体設置法②

(ｹ) メインスイッチをONにし，出力調整つまみを操作して通電する。

※　通電量は，ろ紙１cmあたり0.4～0.5mA，５～８Vとする。

※　通電条件（電圧，電流）および泳動開始時刻を記録する。

(ｺ) BPBが移動するので，その位置が原点から70mm移動したら通電をやめる。

※　出力調整つまみを操作して電圧を０Vにし，メインスイッチをOFFにし，ガラスふたをはずす。

※　泳動終了時刻および泳動時間を記録する。

(ｻ) ろ紙を取り出し，必ず水平にして乾燥させる。乾燥方法は自然乾燥，熱風乾燥いずれでも良い。

③　泳動分画帯の染色

(ｱ) 乾燥させたろ紙を染色液に完全に浸し，20分間染色する。

(ｲ) 三つの脱色槽に，染色したろ紙を順次10分間，10分間，30分間浸して脱色する。四つめの脱色槽に１日程度浸し，バックグランドが白くなるまで脱色する。

(ｳ) 脱色されたろ紙は，つるして室温で乾燥させる。

(3) 活用事例

ア　血清タンパク質の電気泳動

①　支持体：セルロース・アセテート膜

②　電極液：ベロナール緩衝液(pH8.6)

③　通電条件：0.5mA/cm

④　泳動時間：約１時間

⑤　結果：５分画できる。

（それぞれ陽極に近い側からアルブミン，α_1，α_2，β，γの各グロブリン）

イ　食品用色素の電気泳動

①　支持体：ろ紙（東洋ろ紙NO.50）

②　電極液：５％炭酸水素ナトリウム水溶液

③　通電条件：2.5mA/cm

④　泳動時間：約４時間

⑤　結果：数値は，原点からの移動距離を表す。

アマランス（赤色２号）21mm，ギネアグリーン（緑色402号）13mm，
インジゴカルミン（青色２号）14mm，タートラジン（黄色４号）43mm，
ニューコクシン（赤色102号）54mm

9　簡易放射能検知器

(1) 機能

ガイガー･ミュラー計数管を用いたポータブルの簡易放射能検知器でα線，β線，γ線を検知する。標準モードでは，過去１分間のパルス数を基にして線量当量レベルを〔μSv/h〕の単位で更新しながら常に液晶の数値とバーグラフで表示する。

測定したデータは表示と同時に，２KBの内蔵メモリに保存・蓄積される。測定値を自動的に記憶する頻度を１分／10分／１時間／１日／１週間のうちから選択することができる。RS-232Cケーブルを介してコンピュータへデータを転送し，コンピュータ上で統計処理することができる。

図9-1　簡易放射線測定器

(2) 使用方法

①　検知線種切替レバーで，ガイガー･ミュラー計数管の直前を次の３通りに遮断することで，検知する線種を切り替えることができるようになっている。

- ３mm厚のアルミニウムプレートで遮断　　γ線のみ
- 0.1mm厚のアルミ箔で遮断　　β線＋γ線
- 遮断しない場合　　α線＋β線＋γ線

②　本体は常に電源が入った状態になっている。電源スイッチがなく電池交換をしないで，約10年で使い切る仕様になっている。

③　測定モードを次の３種類から選ぶ。

- 「標準」モードキー[☢]を押すと，直近１分間の線量当量レベルが〔μSv/h〕の単位で表示される。環境放射線量を絶対値として測定するので，岡山県においては0.11〔μSv/h〕と言われている平均放射線量と比較することもできる。ただし，この「標準」モードでは測定時間が短いために，得られた測定値にはかなり大きなばらつきが生じる。何度も測定を行って統計的に処理をしなければ，値の大小を考察することができない。
- 「パルス」モードキー[⎍]を押すと，１秒～数時間の間で設定した測定時間のパルス数をカウントして，設定した測定時間が経過した後に測定値を表示する。数分程度の短い測定時間を設定すると，測定値に大きなばらつきが見られるので注意が必要である。
- 「パルスレート」モードキー[Bq]を押すと，〔パルス/秒〕の単位で平均パルス数を表示する。数秒後から値は表示されるが，その後１時間まで継続して測定を続け，パルスレートモードキーが押されてからの測定時間内の平均パルス数を表示する。

④　データロガー機能を用いるときは，プログラムキー[▭]を押して測定値を自動的に記憶する周期を１分／10分／１時間／１日／１週間のうちから選択する。

⑤　コンピュータにデータを転送するには，専用のアプリケーションソフトをあらかじめコンピュータにインストールしておく必要がある。RS-232Cケーブルでコンピュータに接続し，本体のデータ転送キーを押すと測定値がコンピュータに送られる。

⑥　コンピュータに送られた測定値の時間変化をグラフ表示させることができる。

(3) 活用事例

ア　移動するバス中で測定する環境放射線量の変化

① 環境放射線量の測定の場合は検知線種切替レバーを[γ線]に合わせる。

② 同じ場所で何度も計測することができないので，「標準」モードで計測する。測定値の信頼性を高めるために，数台で同時に測定を行う。大きな交差点や，トンネルや高架橋など地理的に特徴的な場所を，測定場所としてあらかじめ設定しておき，バスがその場所を通過したら合図をして，同時にそれぞれの測定器で表示された値を記録していく。

③ データロガー機能を用いると，更に細かな変化の様子を収集して後で分析することができる。10時間にわたり１分ごとの測定値を記憶させるよう設定するとよい。測定にあたった数台の測定器の値を比較するために，必ずカレンダー・時計をあらかじめ正しく設定しておく。測定値は時刻とともに記録されるが，何時何分にトンネルを通過したか，橋を渡ったかなどを記録しておかなければ，時刻による測定値の変化を測定した場所などの情報と結びつけて有効に分析することができない。

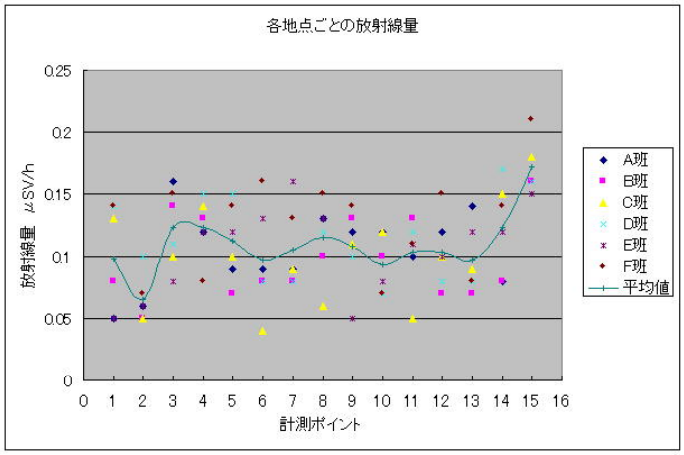


図9-2　場所による放射線量の違い

④ ６台同時に測定した結果を**図9-2**にまとめた。グラフからは，平均放射線量0.11〔μSv/h〕が確認できる。また特徴として，計測ポイント２は，盛土をしたバイパス道路上で測定したためか６台とも値が小さくなっている。逆にポイント15は岩盤がむき出しになった切り通しで測定したために値が大きくなったと考えられる。

イ　校内のさまざまなものの放射線量の測定

① 検知線種切替レバーを[β線＋γ線]に合わせる。

② 「標準」モードに設定する。**図9-3**のように，測定の信頼性を高めるために，ストップウォッチを用いて１分待って表示された平均値を記録する。同じ場所でこれを５回繰り返して測定する。

③ 花崗(こう)岩やコンクリートなど校内にあるさまざまなものに測定器を当てて計測し，その値を比較する。

図9-3　岩石に近づけて１分待つ

ウ　その他

実験用の放射線源が用意できれば，線源からの距離や，薄い紙の枚数による遮蔽(へい)効果の程度などの実験を行うことができる。線源を利用した実験をする場合は，検知線種切替レバーを[α線＋β線＋γ線]にする。この場合には，「パルス」モードで測定時間を５分間に設定してそれぞれの条件による測定値を比較するとよい。

10　コンピュータ計測装置

(1) 機能

力センサー，圧力センサー，電流センサー，磁気センサー，電荷センサーなどの各種センサーを，図10-1に示した３種類のインターフェイスのいずれかに接続することによって物理計測を行う装置である。いずれもデータをコンピュータに転送することができ，グラフ化したり，データの解析を行ったりすることができる。次のア～ウはそれぞれのインターフェイスの名称と機能の特徴である。

図10-1　３種類のインターフェイス

ア　USBリンク

センサーを上端に接続し，USBケーブルでコンピュータに接続して使用する。

イ　Xplorer

センサーを上端に接続し，コンピュータに接続することなく単独で使用することができる。液晶パネルには計測値が表示される。計測終了後，USBケーブルでコンピュータに接続し，データを転送することも可能である。野外での計測に便利である。センサーは一つだけ接続できる。

ウ　Xplorer GLX

最大四つまでセンサーを接続することができる。液晶パネルには，グラフを表示させることも可能である。単独で使用することができ，計測終了後，USBケーブルでコンピュータに接続し，データを転送することが可能である。同時に複数のセンサーを使用するときに便利である。

(2) 使用方法

ア　コンピュータへのソフトウエアのインストール

XplorerとXplorer GLXをコンピュータに接続せず，単独で使用するときにはコンピュータにソフトウエアをインストールする必要はないが,コンピュータに接続して使用したり,データを転送してグラフ化したり解析したりするときにはインターフェイス付属のソフトウエア「DataStudio」をあらかじめインストールしておく必要がある。このソフトウエアをインストールすることで各種センサーのドライバーも自動的にコンピュータにコピーされる。また，このソフトウエアは(1)で示したインターフェイスのいずれにも対応している。次にその手順を示す。詳細は付属のマニュアルを参考にされたい。

①　CDをコンピュータにセットする

インターフェイスをコンピュータに接続しないでCDをコンピュータにセットする。自動的にインストール画面が起動するので，Install DataStudio をクリックする。後は画面の指示に従う。

②　シリアル番号等の入力

「DataStudio」の初回起動時に，シリアル番号とライセンスキーを入力する画面が表示される。シリアル番号と28文字のライセンスキーを入力し，適用 をクリックする。ライセンスを所有していない場合は，何も入力せずに[DataStudio Liteキーを入力してくださ

い]をクリックし，適用 をクリックする（90日間はすべての機能が使用可能）。

イ　インターフェイスとセンサーのコンピュータへの接続

「DataStudio」がインストールされていれば，「C:¥Program Files¥Datastudio¥Driver」のフォルダにドライバーがコピーされている。ドライバーをインストールする際は，[一覧または特定の場所からインストールする]を選択し，このフォルダを指定しなければならない。もしセンサーが認識されない場合は，次の手順でドライバーの更新を行う。

① [コントロールパネル]-[管理ツール]-[コンピュータの管理]で[デバイスマネージャー]を起動し，[USBコントローラ]をダブルクリックする。

② 「！」マークのついている項目をダブルクリックし，[ドライバ]タブの[ドライバの更新]をクリックする。

③ [一覧または特定の場所からインストールする]にチェックを入れ，[参照]で「C:¥Program Files¥Datastudio¥Driver」を選択する。

(3) 活用事例

ア　圧力センサー

図10-2のように，Xplorerに圧力センサーを接続し，メスシリンダーの中の圧力を測定することができる。センサーの先端にビニルチューブを接続し，チューブの先端を水面から徐々に沈めていくと**図10-4**のグラフになる。**図10-4**のグラフは，Xplorerで測定したデータをコンピュータに転送し，「DataStudio」の機能を利用して描いたものである（**図10-3**）。

図10-2　水圧の測定

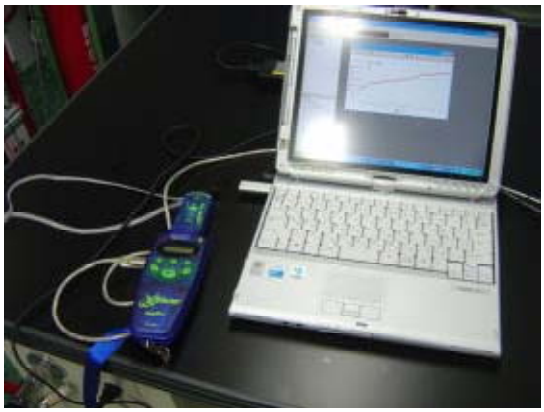


図10-3　コンピュータへの転送

吉備高原の標高はおよそ300mで，気圧はおよそ970hPa（97kPa）である。メスシリンダーに入れた水の高さが20cmで，水面に比べてメスシリンダーの底の圧力が約20hPa（２kPa）だけ大きく，理論値とほぼ合っていることが確認できる。

この他に，ビニルチューブの先に注射器を接続して空気の体積を変化させることでボイルの法則を確認することなども可能である。

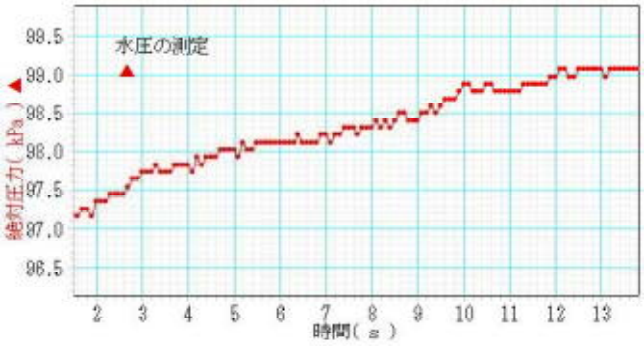


図10-4　メスシリンダーの中の圧力変化のグラフ

イ　加速度センサー

図10-5のように，加速度センサーを接続したXplorerを手に持ち，岡山県総合教育センターの１階から４階までエレベータに乗って加速度の変化を測定した。測定後，コンピュータにデータを転送してグラフにしたものが**図10-6**である。初めの８秒間はエレベータのボタン操作や，Xplorer本体の電源ボタンを押す操作などで，加速度が不規則に大きく変化している。８秒から11秒の間に加速度が約10.5m/s^{2}まで達し，その後19秒まで等速で上昇していることが分かる。等速で上昇中は加速度は約9.8m/s^{2}で，静止しているときの重力加速度と変わらない。その後加速度が大きく減少し，23秒ごろ４階に到着したことが分かる。さらに，加速区間（９秒付近）の山の部分と減速区間（21秒付近）の谷の部分の面積がほぼ等しいことが確認できる。

図10-5　エレベータの加速度の測定

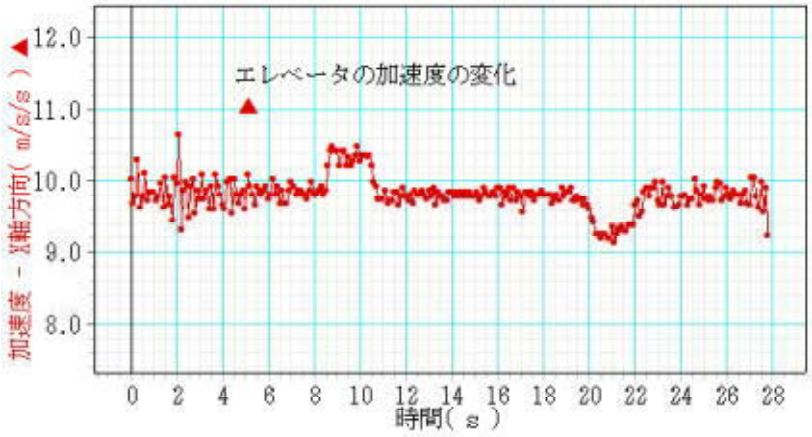


図10-6　上昇するエレベータの加速度の変化

加速度センサーの活用事例として，この他に次のような事例も考えられる。

① 加速度センサーを接続したXplorerを力学台車に固定し，斜面を下る運動をさせたり，一定の力で引っ張ったりして等加速度運動になることを確認する。また，加速度の値を読み取り，台車を引く力と加速度が比例することを確かめる（**図10-7**）。

運動の法則を定量的に確認する方法として，記録テープとタイマーを用いる方法などがあるが，かなりの時間がかかるため，定量的な扱いはあまり行われていないと考えられる。加速度センサーを用いることにより，台車が運動している時にその加速度を数値として確認することができ，短時間に定量的な観察，実験を行うことができる。

② 加速度センサーを接続したXplorerを回転円板に固定して等速円運動をさせ，加速度を求める（**図10-8**）。

x方向とy方向の加速度を同時に測定することができるので，半径方向にのみ一定の加速度が生じていることが確認できる。また，回転円板の角速度と半径が分かれば向心加速度が計算できるので，理論値と比較することができる。また，角速度を変化させることにより加速度が変化する様子をリアルタイムで観察することが可能である。

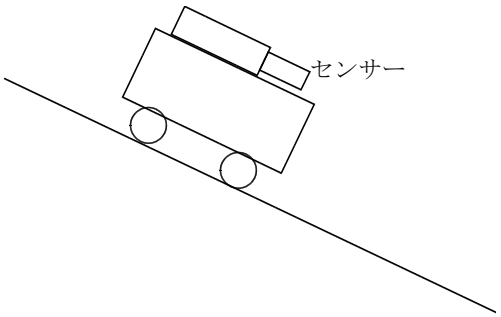


図10-7　台車の加速度の測定

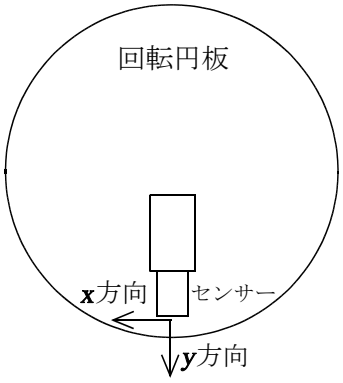


図10-8　回転円板の加速度の測定

ウ　力センサー

図10-9のように，２台の力学台車にそれぞれ力センサーを固定し，Xplorer GLXに接続する。このXplorer GLXをコンピュータに接続する。２台の力学台車を衝突させるとコンピュータの画面に力と時間の関係のグラフを表示させることができる。図10-9の左の台車が受けた力が図10-10で,右の台車が受けた力が図10-11である。この二つのグラフを比較すると，同じ時刻で同じ力が働いていることが分かり，作用反作用の法則が成り立っていることを確認することができる。グラフの面積（この実験では力積）を計算させることも可能である。

図10-9　台車の衝突の実験

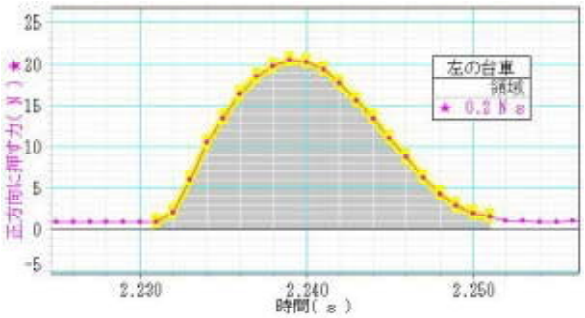


図10-10　左の台車が受けた力

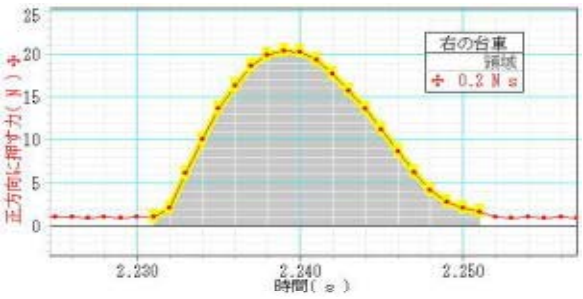


図10-11　右の台車が受けた力

この他の活用事例としては,このセンサーは押す力だけでなく引く力も測定できるので，単振動をするおもりに取り付けたばねの弾性力の時間変化や，鉛直面内を円運動する物体に取り付けた糸の張力の時間変化も観察することが可能である。

11　天体望遠鏡

(1) 機能

ア　80㎜屈折式天体望遠鏡

焦点距離：910mm，集光力：肉眼131倍，分解能：1.45秒，極限等級：11.3等星

イ　200㎜カタディオプトリック式天体望遠鏡

焦点距離：1800mm，集光力：肉眼816倍，分解能：0.58秒，極限等級：13.3等星

(2) 使用方法

ア　望遠鏡の組み立て方

① 水平で安定な所に三脚を設置する。

② 赤道儀を取り出し，赤道儀の方位調節微動ネジを左右に広げ，三脚架台の突起にかぶせるようにして，赤道儀を三脚架台に差し込む。

③ 三脚架台下部の固定ネジで，赤道儀をしっかり固定する。

④ 赤緯軸下部にウエイト軸を十分にねじ込み，ウエイト軸固定環(かん)を回して固定する。

⑤ ウエイト軸下部の抜け止めネジを取り，バランスウエイトを差し込み，バランスウエイト固定ネジで固定する。

⑥ バランスウエイト取り付け後は抜け止めネジを必ず取り付ける。

⑦ 鏡筒を架台に取り付け，鏡筒固定ネジを締め固定する。安全のため，落下防止ネジも同様に締める。

⑧ 赤緯微動ハンドルと赤緯微動軸を合わせて，押し込み取り付ける。

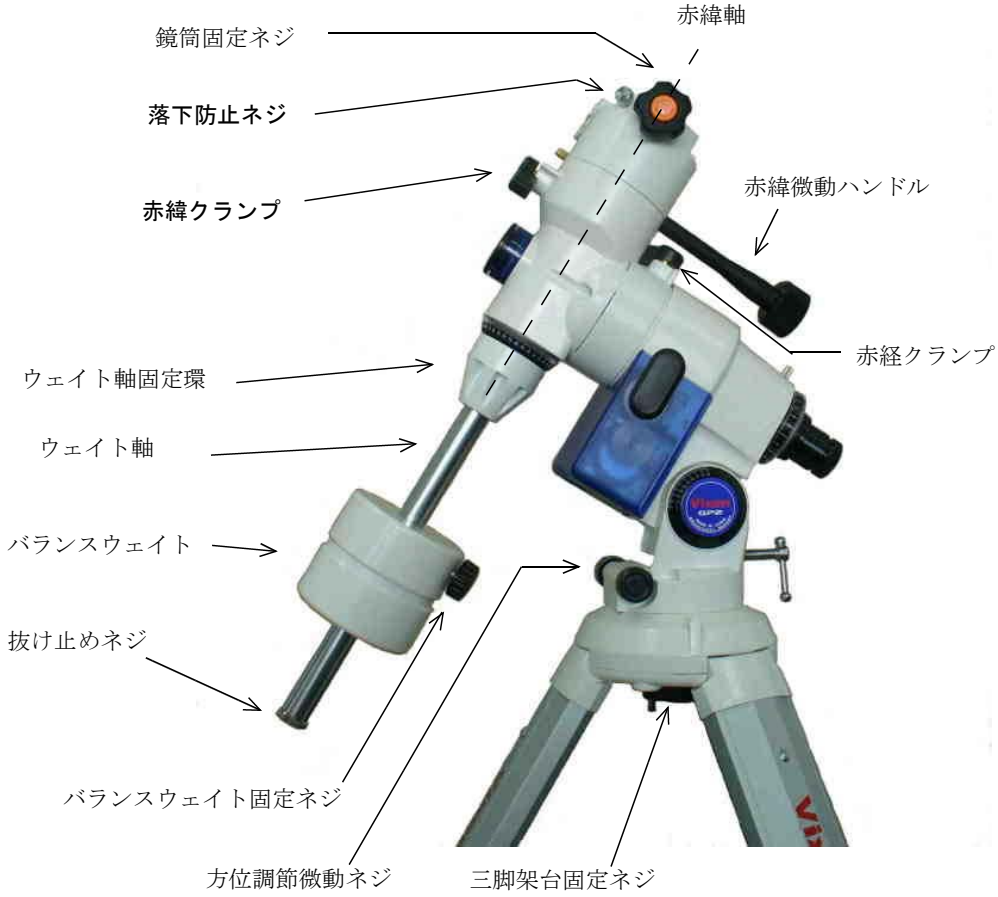


図11-1　三脚と赤道儀

イ　接眼レンズの取り付け方

①　天体望遠鏡の倍率は接眼レンズによって決まる。倍率の求め方は
「対物レンズの焦点距離÷接眼レンズの焦点距離＝倍率」によって決まる。

②　取り付け方はドローチューブに接眼アダプターを取り付け，接眼レンズを差し込み，接眼レンズ固定ネジで固定する（**図11-2**）。

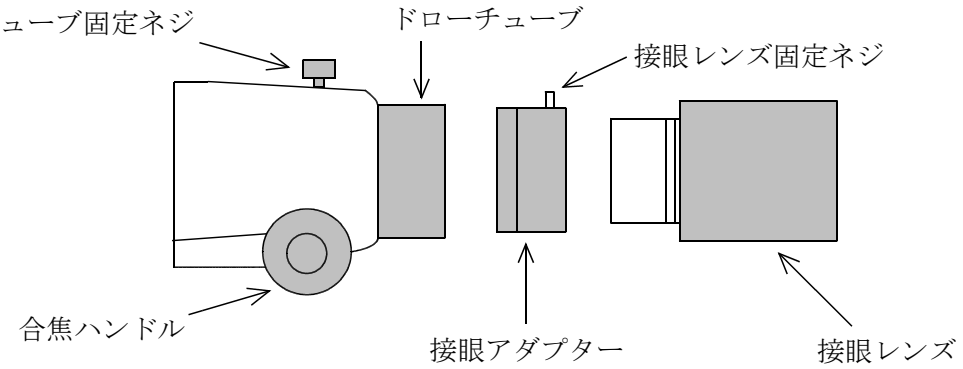


図11-2　接眼レンズの取り付け方

ウ　天体望遠鏡の動かし方

①　赤道儀に付いている赤経クランプ，赤緯クランプを緩めれば手動で望遠鏡が動く。

②　赤経クランプを緩めて赤緯軸を水平になるまで回転させる。バランスウエイトのウエイト固定ネジを緩めてウエイト軸上をスライドさせて鏡筒部とウエイトのバランスを調整する。

③　そのままの状態で赤経クランプを固定し，今度は赤緯クランプを緩める。鏡筒を前後に動かしバランスを調整する。

エ　赤道儀の据え付け方

①　簡易な据え付け方

(ｱ) 観測地の緯度を調べる。（岡山県総合教育センター＝34.5度）

(ｲ) 赤道儀の高度指標が緯度と同じ値を示すように高度調整ネジを回す。

(ｳ) 極軸がほぼ北へ向くように（北極星方向）に設置する。

②　正確な据え付け方

(ｱ) 赤緯軸が極軸に対して，ほぼ垂直になるように鏡筒の向きを変える。

(ｲ) 極軸望遠鏡の視野内に北極星が見えるように高度調整ネジ，方位調整ネジを回して合わす。

図11-3　赤道儀

オ　二軸コントローラーの機能と使い方

①　機能

(ｱ) 赤道儀用モーターを赤道儀の赤経軸に取り付けることで，赤経軸方向の調整をモーターで行えるとともに，天体の日周運動をに合わせた速さで天体の自動追尾ができる。

(ｲ) 赤道儀用モーターを赤道儀の赤緯軸に取り付けることで，赤緯軸方向の調整をモーターで行うことができる。

②　取り付け方

(ｱ) コントローラーの２つのコードのうち，R.A.（赤経）モーター用コードを赤経軸に取り付けたモーターに接続する。

(ｲ) Decl（赤緯）モーター用コードを赤緯軸に取り付けたモーターに接続する。

(ｳ) 電池の極性に注意して，単一電池を８本，電池ボックスに入れる。

(ｴ) コントローラーのN-S切替スイッチがOFFになっていることを確認する。

(ｵ) 電池ボックスから出ている電源コードを，コントローラーの電源ソケットに差し込む。

③　コントローラーの使い方

(ｱ) N-S切替スイッチをOFFの位置からスライドさせて，Ｎの位置に合わせる（北半球の場合）。

(ｲ) 速度切替スイッチでR.A.（赤経）ガイドボタン及びDecl（赤緯）ガイドボタンを押した時に動くモーターの速度を選ぶ。

32×：天体の日周運動の32倍の速さで赤道儀を動かすことができる。天体を素早く捉えたい場合に使う。

２×：天体の日周運動の２倍の速さで赤道儀を動かすことができる。位置を微調整する際に最も使いやすい速さである。

1.5×：天体写真撮影など，非常に細かい操作が必要な時に使用する。

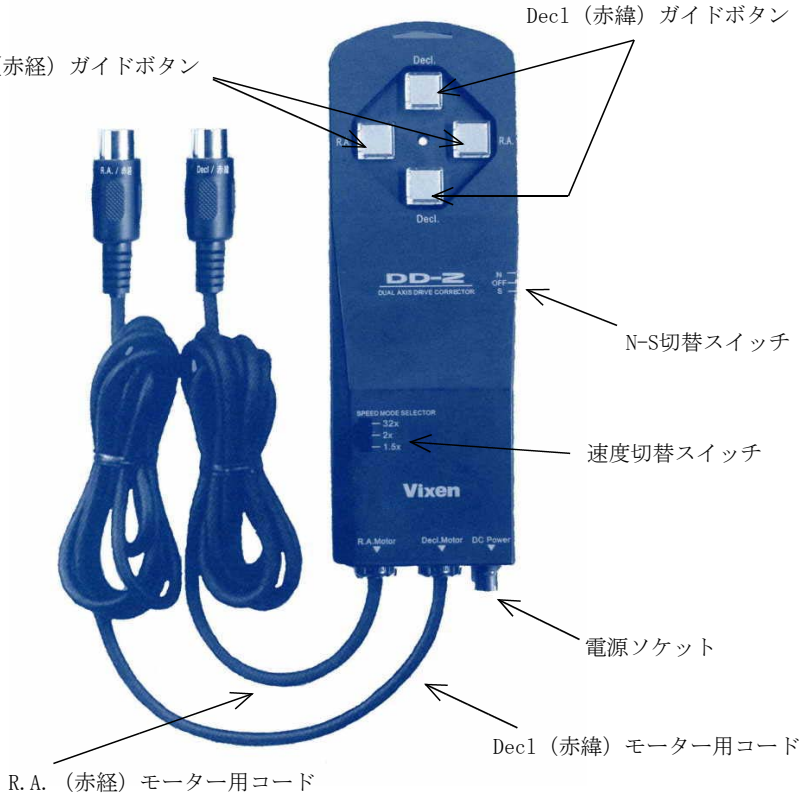


図11-4　二軸コントローラー

12　太陽望遠鏡

(1) 機能

太陽光のうち，Ｈα線だけを透過するＨαフィルターを内蔵し，太陽の観測が直接できる。Ｈα線以外の波長は排除されるため，プロミネンス，フレアなど太陽表面の現象を観察することができる。

有効径40mm，焦点距離400mmで，Ｋ20mmアイピースが付属している。

> Ｈα線は水素の線スペクトルの一つ。波長が656.3nmで赤色を示す。

(2) 使用方法

ア　使用方法

①　太陽望遠鏡を三脚にのせる。

②　対物レンズのキャップをはずす。

③　Ｋ20mmアイピースを差し込み，固定ネジをしっかり締める。

④　望遠鏡を太陽に向ける。太陽の方向に向けたら，地面に写る望遠鏡の影を見る。望遠鏡の向きを調節しながら，影が最も小さくなったら，ファインダーの丸窓を見る。ファインダーの中心に明るい円が入ったら，アイピースを覗(のぞ)く。

⑤　赤い太陽がはっきりするまでピントノブをゆっくり回す。

⑥　コントラスト調節リングを回す。太陽の輪郭から飛び出したプロミネンスがはっきりと見えるところがＨα線に合致したポイントになる。

(3) 活用事例

太陽の観察は太陽投影板を使う黒点の観察が中心である。しかし，太陽望遠鏡を使うと，プロミネンスなど太陽表面の活発な現象を直接観察することができる。

また，太陽に関しては，2009年７月22日，トカラ列島周辺で皆既日食が観察できる。岡山でもかなり欠けた太陽（最大食分0.84）が観察できるので，ぜひ観察したいものである。

図12-1　太陽望遠鏡

図12-2　観察できる太陽

13　岩石標本作製（ロックトリマー，岩石切断機，岩石研磨機）

(1) 使用方法

ア　ロックトリマーによる岩石の破壊

岩石切断機で切断できないほど大きい岩石試料はロックトリマーを使用し，小さく破壊する（**図13-1**）。

図13-1　ロックトリマー

① 岩石をロックトリマーに挟む。

② 油圧ジャッキで力を加える。

イ　岩石切断機による切断

① 大型岩石切断機と小型岩石切断機の２種類がある（**図13-2**，**図13-3**）。大型切断機では約10cm程度の岩石の切断が，小型切断機では５cm程度の岩石の切断ができる。

② 岩石薄片を作製する場合は，大型岩石切断機で，岩石試料を厚さ10mm程度に薄くスライスし，小型岩石切断機でスライドガラスに合う大きさに切ると良い。

③ 最初に，大型切断機の切断刃（ダイヤモンドブレード）が冷却用の水に浸っているか確認する。

④ 岩石試料を大型岩石切断機のクランプ台に挟み，動かないようにしっかり固定する。

⑤ 大型岩石切断機はスタートボタンを押すと自動的に岩石が切断できる。

⑥ 小型岩石切断機でスライドガラスに入る大きさ（35mm×25mm程度）に成形する。

⑦ 使用後は，岩石の破片等を片付ける。

図13-2　大型岩石切断機

図13-3　小型岩石切断機

ウ　岩石試料の研磨

① 35mm×25mm程度に切断した岩石試料を研磨する。岩石研磨機を使用すると効率的に研磨できる（**図13-4**）。

② 最初は＃120程度の研磨粉（カーボランダム）で岩石試料の片面を表面の凹凸がなくなるまで研磨する。水洗いをし，岩石試料に付いている研磨粉を落とす。

③ 次に，鉄研磨板に＃600程度の研磨粉と水を適量のせ，５分程度岩石試料を研磨する。

研磨した後，水洗いをして研磨粉を落とす。

④　同様に，別の研磨板に＃1000程度の研磨粉と水を適量のせ，５分程度岩石試料を研磨する。研磨した後，水洗いをして研磨粉を落とす。

エ　スライドガラスへの貼り付け

①　岩石試料をスライドガラスに貼り付ける時に，レークサイトセメントを使用することが多かったが，接着力が弱い場合があり，エポキシ系の接着剤を使用すると良い。

②　スライドガラスに接着剤を適量のせ，その上に岩石試料を置く。

③　スライドガラスの中央部を押しながら，スライドガラスの岩石試料の間の気泡を追い出す。ホットプレートなどでスライドガラスや岩石試料を温めておくと，気泡を追い出すのが楽になる。

オ　岩石薄片の研磨

①　小型岩石切断機に付属のスライドガラスホルダーを使用すると，厚さ0.1mmまで岩石試料を切断することができるので，後の作業が楽である。

②　岩石試料の研磨と同様の手順で，スライドガラスに貼り付けた岩石試料を研磨する。最初は＃120程度の研磨粉で0.5mm程度の厚さまで研磨する。岩石全体が均一に磨かれているか確認しながら研磨する。

③　＃600程度の研磨粉で光がうっすら透けるくらいまで研磨する。偏光顕微鏡で確認しながら研磨すると良い（石灰岩中の化石を観察する場合は生物顕微鏡でも良い）。

④　＃1000程度で丁寧に研磨する。偏光顕微鏡で石英が灰色になれば完成である。

カ　カバーガラスの貼り付け

長期間保存する場合はカバーガラスを貼り付ける。簡単に観察する場合は透明のマニキュアを塗るだけでも良い。

図13-4　岩石研磨機

図13-5　研磨板

参考　　岩石薄片の作り方については，岡山県総合教育センターのＷｅｂページに動画があるので参考して欲しい。

URL：http://www2.edu-ctr.pref.okayama.jp/e2a/ganseki/tukurikata/tukurikata.htm

○引用文献・参考文献

1) S-3000N形走査電子顕微鏡　取扱説明書　日立ハイテクノロジーズ
2) BX51/BX52システム生物顕微鏡　取扱説明書　オリンパス
3) 落射蛍光システム　取扱説明書　オリンパス
4) GCワークステーション　GCsolution　取扱説明書　操作編　島津製作所
5) GC2014　取扱説明書　島津製作所
6) LCワークステーション　LCsolution　取扱説明書　操作編　島津製作所
7) 島津高速液体クロマトグラフ用システムコントローラ　CBM-20A/20Alite Prominence 取扱説明書（基本編）　島津製作所
8) 島津高速液体クロマトグラフ用フォトダイオードアレイ紫外可視検出器　SPD－M20A Prominence　取扱説明書　島津製作所
9) 島津高速液体クロマトグラフ用オンラインデガッサ　DGU-20A$_3$/DGU-20A$_5$ Prominence 取扱説明書　島津製作所
10) 島津高速液体クロマトグラフ用カラムオーブン　CTO-10ASVP　取扱説明書　島津製作所
11) パーソナルイオンアナライザー　PIA-1000　取扱説明書　島津製作所
12) 島津パーソナルイオンアナライザー　PIA-1000　分析の手引き　島津製作所
13) FT/IR-4000　フーリエ変換赤外分光光度計　取扱説明書　日本分光
14) PharmaSpec　UV-1700SERIES　取扱説明書　島津製作所
15) 電気泳動装置　TE-3型　取扱説明書　内田洋行
16) USBリンク　PS-2100　取扱説明書　株式会社島津理化
17) Xplorer　PS-2000　取扱説明書　株式会社島津理化
18) Xplorer　GLX　PS-2002　取扱説明書　株式会社島津理化
19) 日本分光株式会社　JASCO　(http://www.jasco.co.jp/japanese/home/index.html)

平成19年度高等学校理科指導資料作成委員会

作成委員

三 島 誠 人　　岡山県立岡山一宮高等学校教諭
内 田 恵 子　　玉野市立玉野商業高等学校教諭
永 田 浩 史　　岡山県立瀬戸南高等学校教諭
西 谷 知 久　　岡山県立鴨方高等学校教諭

なお，岡山県総合教育センターでは，次の者が本資料作成に当たった。

仲 達 修 一　　教科教育部指導主事
水　島　裕　　教科教育部指導主事（主幹）
平　賀　徹　　教科教育部指導主事
土 田 雅 己　　教科教育部指導主事

平成20年３月発行

岡山県総合教育センターの
理科機器の使い方

編集兼発行所　岡山県総合教育センター
〒716-1241　岡山県加賀郡吉備中央町吉川7545－11
TEL (0866)56-9101　　FAX (0866)56-9121
URL　http://www.edu-ctr.pref.okayama.jp/
E-MAIL　kyoikuse@pref. okayama. jp

Copyright © 2008 Okayama Prefectural Education Center